



TUGAS AKHIR TL-141584

PENGARUH KOMPOSISI PHENOL DAN TRIETHYLAMINE SEBAGAI CURING AGENT TERHADAP SIFAT MEKANIK DAN THERMAL PADA EPOKSI DGEBA SEBAGAI ADHESIVE BAJA A36

Hilbert Philip Malada
NRP. 2711100050

Dosen Pembimbing
Dr. Hosta Ardhyananta, ST., M.Sc.

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2015

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT TL-141584

EFFECT OF PHENOL AND TRIETHYLAMINE COMPOSITION AS CURING AGENT TOWARD MECHANICAL AND THERMAL PROPERTIES ON DGEBA EPOXY AS ADHESIVE IN A36 STEEL

Hilbert Philip Malada
NRP. 2711100050

Advisor
Dr. Hosta Ardhyanta, ST., M.Sc.

Materials and Metallurgy Engineering Department
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya 2015

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**PENGARUH KOMPOSISI PHENOL DAN
TRIETHYLAMINE SEBAGAI CURING AGENT
TERHADAP SIFAT MEKANIK DAN TERMAL PADA
EPOKSI DGEBA SEBAGAI ADHESIVE BAJA A36**

TUGAS AKHIR

**Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada**

**Bidang Studi Material Inovatif
Program Studi S-1 Jurusan Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

Oleh :

**HILBERT PHILIP MALADA
NRP. 2711 100 050**

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir

Dr. Hosta Ardhyanta, ST., M.Sc.

(Pembimbing)



**SURABAYA
JANUARI 2015**



PENGARUH KOMPOSISI PHENOL DAN TRIETHYLAMINE SEBAGAI CURING AGENT TERHADAP SIFAT MEKANIK DAN THERMAL PADA EPOKSI DGEBA SEBAGAI ADHESIVE BAJA A36

Nama : Hilbert Philip Malada
NRP : 2711100050
Jurusan : Teknik Material dan Metalurgi
Dosen Pembimbing : Dr. Hosta Ardhyanta, ST., M.Sc.

ABSTRAK

Pengaruh komposisi diglycidyl ether bisphenol-A/triethylamine/phenol (DGEBA/TEA/Ph) terhadap sifat mekanik dan termal dipelajari dengan mereaksikan resin epoksi DGEBA, triethylamine dan phenol berdasarkan rasio berat. DGEBA/TEA/Ph dicuring pada temperatur 50°C selama 12 jam dan dipelajari dengan menggunakan FTIR, pengujian tarik, pengujian adhesive, SEM, pengujian water absorption dan TGA. Hasil menunjukkan terjadinya reaksi curing yang ditandai dengan terbukanya rantai oxyrane epoksi dan munculnya ikatan hidroksil (O-H). Kekuatan tarik dan elongasi DGEBA/TEA/Ph meningkat dengan penambahan Ph, mencapai maksimum pada DGEBA/TEA(12)/Ph(8) sebesar 70,71 MPa dan 4,07%. Penambahan Ph menurunkan kekuatan adhesive, kekuatan geser maksimum diperoleh DGEBA/TEA(20)/Ph(0) sebesar 13,14 MPa. Penambahan Ph menghilangkan porositas yang dibentuk TEA pada morfologi DGEBA/TEA/Ph sehingga permukaan menjadi halus. Serapan air menurun ketika persentase Ph bertambah, mencapai minimum pada DGEBA/TEA(4)/Ph(16) sebesar 2,08%. Penambahan Ph meningkatkan stabilitas termal DGEBA/TEA/Ph, mencapai maksimum pada DGEBA/TEA(4)/Ph(16). Epoksi terdegradasi sebanyak 5% pada 311,3°C, sebanyak 10% pada 381,0°C dan terdekomposisi pada 438,4°C.

Kata kunci : epoksi, dgeba, phenol, triethylamine, adhesive



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

EFFECT OF PHENOL AND TRIETHYLAMINE COMPOSITION AS CURING AGENT TOWARD MECHANICAL AND THERMAL PROPERTIES ON DGEBA EPOXY AS ADHESIVE IN A36 STEEL

Name : Hilbert Philip Malada
NRP : 2711100050
Department : Material and Metallurgy Engineering
Advisor : Dr. Hosta Ardhyanta, ST., M.Sc.

ABSTRACT

The effect of diglycidyl ether bisphenol-A/triethylamine/phenol (DGEBA/TEA/Ph) composition toward mechanical and thermal properties were studied by reacting DGEBA, triethyl-amine and phenol based on their weight ratio. DGEBA/TEA/Ph were cured at 50°C for 12 hours, then studied and characterized by using FTIR, tensile test, adhesive test, SEM, water absorption test and TGA. Results show the occurrence of curing reaction marked by oxirane chain opening and by the emergence of hydroxyl bond (O-H). The tensile strength and elongation of DGEBA/TEA/Ph are improved by the addition of Ph, peaked at 70,71 MPa and 4,07% on DGEBA/TEA(12)/Ph(8). Increasing amount of Ph lowered the adhesive strength, maximum adhesive strength gained by DGEBA/TEA(20)/Ph(0) at 13,14 MPa. The addition of Ph omit the porosity in the morphology of the epoxy caused by TEA, results in smoother surface. Water absorption is decreased as the percentage of Ph increased, plummeted at 2,08% on DGEBA/TEA(4)/Ph(16). The rise in Ph weight ratio improved the thermal stability of DGEBA/ TEA/Ph, peaked on DGEBA/TEA(4)/Ph(16). Epoxy is degraded by 5% at 311,3°C, by 10% at 381,0°C and decomposed at 438,4°C.

Keywords : epoxy, dgeba, phenol, triethylamine, adhesive



KATA PENGANTAR

Puji syukur saya ucapkan ke hadirat Tuhan Yesus Kristus karena hanya atas kasih karunia dan rahmatNya saja penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir yang berjudul : **“PENGARUH KOMPOSISI PHENOL DAN TRIETHYLAMINE SEBAGAI CURING AGENT TERHADAP SIFAT MEKANIK DAN TERMAL PADA EPOKSI DGEBA SEBAGAI ADHESIVE BAJA A36”**.

Tugas Akhir ini disusun untuk memenuhi syarat dalam memperoleh gelar Sarjana Teknik (ST) Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Atas selesainya Tugas Akhir ini, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Kedua orang tua dan keluarga atas doa, dukungan moral dan material, pengertian dan cinta kasih yang diberikan selama ini;
2. Bapak Dr. Hosta Ardhyanta, ST., M.Sc. selaku dosen pembimbing Tugas Akhir;
3. Bapak Dr. Sungging Pintowantoro, ST., MT. selaku Ketua Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS;
4. Bapak Ir. Moh. Farid, DEA. selaku dosen wali;
5. Dosen Tim Penguji seminar dan sidang serta seluruh dosen Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS;
6. Seluruh karyawan Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS yang telah banyak membantu pengerjaan penelitian ini;

Penulis menyadari bahwa penyusunan Tugas Akhir ini masih jauh dari kesempurnaan, maka dari itu kritik dan saran yang membangun akan sangat diharapkan.

Surabaya, Januari 2015

Penulis



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
ABSTRAK	vii
KATA PENGANTAR.....	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR TABEL.....	xix

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	4
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Epoksi.....	5
2.2 <i>Curing Agent (Hardener)</i>	15
2.3 Reaksi <i>Curing</i> Epoksi- <i>Phenol</i>	30
2.4 Perekatan / Pengeleman.....	33
2.5 Proses Interaksi antara <i>Adhesive</i> dengan Logam	37
2.6 Baja ASTM A36.....	38
2.7 Data Penelitian Sebelumnya	39

BAB III METODOLOGI

3.1 Diagram Alir Penelitian	41
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	42
3.3 Variabel Penelitian	50
3.4 Pelaksanaan Penelitian	50
3.5 Pengujian FTIR	53
3.6 Pengujian Tarik	53
3.7 Pengujian <i>Adhesive</i>	54
3.8 Pengujian SEM.....	55

3.9 Pengujian <i>Water Absorption</i>	56
3.10 Pengujian TGA.....	56
3.11 Rancangan Penelitian	57

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Epoksi DGEBA dengan Curing Agent Phenol dan Triethylamine.....	59
4.2 Analisis Pengujian FTIR	60
4.3 Analisis Pengujian Tarik	63
4.4 Analisis Pengujian <i>Adhesive</i>	67
4.5 Analisis Pengujian SEM.....	70
4.6 Analisis Pengujian <i>Water Absorption</i>	74
4.7 Analisis Pengujian TGA.....	77

BAB V KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan.....	81
5.2 Saran.....	81

DAFTAR PUSTAKA	xxi
LAMPIRAN	xxvii
BIODATA PENULIS	xlix

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Macam-macam resin epoksi	8
Tabel 2.2 Sintesis <i>triethylamine</i>	22
Tabel 2.3 Berbagai macam reaksi <i>curing</i> epoksi- <i>phenol</i>	32
Tabel 2.4 Komposisi kimia baja ASTM A36	39
Tabel 2.5 Properti <i>tensile</i> baja ASTM A36	39
Tabel 2.6 Properti dari epoksi DGEBA (80%) dan PAA (20%) ..	38
Tabel 3.1 Rencana pelaksanaan penelitian	51
Tabel 3.2 Rancangan penelitian pada variasi komposisi <i>phenol</i> ..	58
Tabel 4.3 Hasil proses curing epoksi	59
Tabel 4.4 Daerah serapan DGEBA.....	62
Tabel 4.3 Daerah serapan DGEBA/TEA(12)/Ph(8).....	62
Tabel 4.4 Hasil pengujian tarik	65
Tabel 4.5 Perbandingan properti mekanik DGEBA/TEA(12)/ Ph(8) dengan epoksi komersial	67
Tabel 4.6 Hasil pengujian adhesive	68
Tabel 4.7 Perbandingan kekuatan geser DGEBA/TEA(20)/Ph(0) dengan DGEBA/PAA(20)/Kobalt(4%) dan DGEBA/PAA(20)/ Mepoxe(4%).....	70
Tabel 4.8 Hasil pengujian <i>water absorption</i> (% penambahan berat)	75
Tabel 4.9 Perbandingan serapan air DGEBA/TEA(4)/Ph(16) dengan epoksi komersial selama 28 hari	77
Tabel 4.10 Hasil pengujian TGA.....	79
Tabel 4.12 Perbandingan stabilitas termal DGEBA/TEA(4)/ Ph(16) dengan DGEBA/PAA(20)	80



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Gugus epoksi	5
Gambar 2.2 Skema reaksi pembentukan resin epoksi.....	6
Gambar 2.3 Reaksi kimia pembentukan resin epoksi DGEBA.....	7
Gambar 2.4 Reaksi kimia pembentukan <i>bisphenol A</i>	10
Gambar 2.5 Reaksi kimia pembentukan <i>epichlorohydrin</i>	10
Gambar 2.6 Diagram aplikasi epoksi pada berbagai bidang	15
Gambar 2.7 Diagram total <i>curing agent</i> yang digunakan pada pasar Amerika Serikat tahun 2001	15
Gambar 2.8 Struktur kimia <i>primary amine</i> , <i>secondary amine</i> dan <i>tertiary amine</i>	17
Gambar 2.9 Struktur kimia resin <i>polyamide</i>	20
Gambar 2.10 Struktur kimia <i>secondary amine</i> dan <i>tertiary amine</i>	21
Gambar 2.11 Struktur kimia <i>triethylamine</i>	22
Gambar 2.12 Struktur kimia <i>imidazole</i>	23
Gambar 2.13 Struktur kimia <i>phenol</i> dan senyawa turunan <i>phenol</i>	26
Gambar 2.14 Reaksi umum sintesis <i>phenol</i>	27
Gambar 2.15 Reaksi spesifik sintesis turunan <i>phenol</i>	27
Gambar 2.16 Reaksi hidrolisis <i>chlorobenzene</i>	28
Gambar 2.17 <i>Friedel-Crafts alkylation</i>	28
Gambar 2.18 Oksidasi <i>cumene</i>	28
Gambar 2.19 <i>Hydrolitic rearrangement cumene hydroperoxide</i>	29
Gambar 2.20 Struktur kimia <i>diphenyliodonium hexafluorophosphate</i> dan <i>triphenylsulfonium hexafluorophosphate</i>	30
Gambar 2.21 Reaksi <i>curing</i> epoksi- <i>phenol</i> tanpa katalis	32
Gambar 2.22 Reaksi <i>curing</i> epoksi- <i>phenol</i> dengan katalis ($R^c_{i,ro}$) (Shechter and Wynstra's pathway)	33
Gambar 2.23 Reaksi dengan katalis via pembentukan ikatan hidrogen kompleks ($R^c_{i,hb}$)	33
Gambar 2.24 Reaksi dengan katalis via <i>trimolecular TS</i>	33
Gambar 2.25 Perbedaan <i>good wetting</i> dan <i>no wetting</i>	34
Gambar 2.26 Macam-macam gaya pada sambungan lem	35

Gambar 2.27 Lapisan pada permukaan substrat logam	37
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian	41
Gambar 3.2 Resin epoksi DGEBA	42
Gambar 3.3 <i>Phenol crystal</i>	43
Gambar 3.4 <i>Triethylamine</i>	43
Gambar 3.5 Asam sulfat	44
Gambar 3.6 Timbangan digital	44
Gambar 3.7 Timbangan digital	45
Gambar 3.8 <i>Electric oven</i>	45
Gambar 3.9 <i>Magnetic stirrer</i>	46
Gambar 3.10 Pipet	46
Gambar 3.11 Wadah aluminium	47
Gambar 3.12 Cetakan spesimen uji tarik	47
Gambar 3.13 Mesin FTIR	48
Gambar 3.14 Mesin uji tarik	48
Gambar 3.15 Mesin SEM	49
Gambar 3.16 Mesin <i>sputter coater</i>	49
Gambar 3.17 Mesin TGA	50
Gambar 3.18 Standar pengujian tarik ASTM D 638M	51
Gambar 3.19 Standar pengujian <i>adhesive</i> ASTM D 1002	52
Gambar 4.1 Spektrum FTIR DGEBA dan DGEBA/TEA(12)/ Ph(8)	61
Gambar 4.2 Spesimen uji tarik sebelum pengujian	63
Gambar 4.3 Spesimen uji tarik setelah pengujian	63
Gambar 4.4 Grafik pengaruh % <i>phenol</i> terhadap kekuatan tarik	65
Gambar 4.5 Grafik pengaruh % <i>phenol</i> terhadap elongasi	66
Gambar 4.6 Grafik pengaruh % <i>phenol</i> terhadap modulus Young	66
Gambar 4.7 Spesimen uji adhesive sebelum pengujian	67
Gambar 4.8 Spesimen uji adhesive setelah pengujian	69
Gambar 4.9 Grafik pengaruh % <i>phenol</i> terhadap kekuatan geser	71
Gambar 4.10 Hasil SEM perbesaran 100x : (a) DGEBA/TEA(20)/ Ph(0), (b) DGEBA/TEA(12)/Ph(8), (c) DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	73

Gambar 4.11 Hasil SEM perbesaran 500x : (a) DGEBA/TEA(20)/Ph(0), (b) DGEBA/TEA(12)/Ph(8), (c) DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	73
Gambar 4.12 Hasil SEM perbesaran 1000x : (a) DGEBA/TEA(20)/Ph(0), (b) DGEBA/TEA(12)/Ph(8), (c) DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	73
Gambar 4.13 Pengujian <i>water absorption</i>	74
Gambar 4.14 Grafik pengaruh % <i>phenol</i> terhadap serapan air selama 28 hari proses imersi.....	76
Gambar 4.15 Grafik pengaruh % <i>phenol</i> terhadap stabilitas termal	79



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I PENDAHULUAN

1. 1. Latar Belakang

Plastik epoksi mempunyai sejarah panjang, tepatnya tahun 1936, ketika Dr Pierre Castan, Swiss berhasil mensintesis resin epoksi yang dikeraskan dengan *phthalic acid anhydride*. Pada tahun 1939, Dr S.O. Greenlee dari Amerika Serikat mengembangkan resin epoksi dari *epichlorohydrin* dan *bisphenol-A*. Jenis resin epoksi tersebut umum digunakan hingga saat ini. Tujuan awal dari pengembangan resin epoksi adalah untuk menemukan bahan pengikat untuk *coating* yang dapat bertahan terhadap alkali. Dalam perkembangannya, didapati bahwa epoksi memiliki sifat yang jauh lebih baik. Saat ini, epoksi banyak diaplikasikan pada bidang *aerospace*, elektronik dan industri otomotif, serta bahan makanan, obat-obatan, manufaktur, kegiatan lepas pantai dan industri kelautan (Augustsson, 2004).

Resin epoksi adalah resin polieter yang mengandung lebih dari satu gugus epoksi dan mampu dikonversikan menjadi bentuk termoset. Resin ini ketika mengalami proses *curing* tidak menghasilkan produk volatil terlepas dari adanya pelarut yang mudah menguap. Epoksi dapat disebut sebagai oksida, seperti etilen oksida (epoksi etana), atau 1,2-epoksida. Gugus epoksi (*oxirane*) mengandung atom oksigen yang terikat dengan dua atom karbon, terikat oleh ikatan yang terpisah. Resin epoksi sederhana dibuat dari reaksi *bisphenol-A* dengan *epichlorohydrine* (Bhatnagar, 1996).

Ketertarikan pada epoksi berasal dari banyaknya jenis reaksi kimia dan bahan-bahan yang dapat digunakan untuk proses *curing*, juga banyaknya jenis properti yang dapat dihasilkan. Pengetahuan tentang ilmu kimia memungkinkan pengguna untuk melakukan proses *curing* pada berbagai rentang temperatur dan mengontrol derajat *crosslinking*. Derajat *crosslinking* memainkan peran penting dalam sifat fisik (May, 1988).



Fleksibilitas epoksi terlihat dari berbagai macam properti yang dapat dicapai. Struktur kimia *curing agent* dan kondisi *curing* memungkinkan untuk mendapatkan ketangguhan, ketahanan kimia, sifat mekanik mulai dari fleksibilitas ekstrim hingga kekuatan dan kekerasan tinggi, kekuatan perekatan tinggi, ketahanan panas yang baik, dan hambatan listrik yang tinggi. Ketika tidak mengalami proses *curing*, resin memiliki berbagai bentuk fisik, mulai dari cairan berviskositas rendah hingga padatan yang dengan *curing agent* mampu untuk digunakan dalam proses fabrikasi pada berbagai kondisi proses (May, 1988).

Resin epoksi *bisphenol-A* digunakan secara luas sebagai perekat struktural dalam komposit *fiber* untuk pesawat, sebagai laminasi dalam papan sirkuit cetak (PCB), dan sebagai senyawa *molding* untuk enkapsulasi semikonduktor karena sifatnya yang menguntungkan seperti modulus tinggi, creep rendah, kinerja yang baik pada temperatur tinggi, sifat dielektrik yang sangat baik, ketahanan kimia yang baik, dan stabilitas dimensi (Shokralla, et al., 2009).

Proses *curing* gugus epoksi terjadi baik di antara molekul epoksi sendiri atau oleh reaksi antara gugus epoksi dan molekul reaktif lainnya dengan atau tanpa bantuan katalis. Yang pertama dikenal sebagai homopolimerisasi, atau *corrective curing*; dan yang terakhir merupakan tambahan (*addition*) atau reaksi *curing* katalitik. Kedua reaksi mengakibatkan adanya penyambungan serta *crosslinking* (Bhatnagar, 1996).

Dua kelas *hardener* yang paling populer terdiri dari amina *primary/secondary amine* (50%) dan *carboxylic acid/anhydride* (36%). Sisanya berupa *phenol* dan zat lainnya (Pham, 2011).

Phenol adalah senyawa yang memiliki gugus *hydroxyl* yang melekat secara langsung pada cincin *benzene*. Adanya gugus *hydroxyl* pada *phenol* menunjukkan bahwa beberapa sifat *phenol* mirip dengan alkohol. Contohnya, *phenol* dan alkohol mampu membentuk ikatan hidrogen intermolekular yang kuat, sehingga memiliki titik didih yang lebih tinggi daripada hidrokarbon lain



yang memiliki berat molekular sama. *Phenol*, sering juga disebut sebagai *carbolic acid*, merupakan senyawa kimia yang sangat penting pada dunia industri, sebagai bahan baku dari sejumlah besar produk komersial, seperti aspirin hingga bermacam-macam plastik. Produksi *phenol* seluruh dunia mencapai lebih dari tiga juta ton per tahun (Solomons, et al., 2013)

Thermosetting oleh *phenol* menghasilkan karakteristik insulasi yang sangat baik, sifat perekat yang baik, ketahanan kimia yang luar biasa, mempertahankan properti dalam kondisi operasi yang berat, adsorpsi kelembaban rendah, dan tidak ada reaksi samping. Reaksi curing epoksi-*phenol* dapat dilakukan pada suhu moderat dengan adanya katalis seperti *quaternary ammonium salt*, *tertiary amine*, dan/atau *metal alkoxide*. Di antara katalis ini, *tertiary amine* sering digunakan (Pham, 2011).

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan resin epoksi *diglycidyl ether bisphenol-A* (DGEBA) dengan *curing agent* berupa *phenol* dan *tertiary amine* jenis *triethylamine*. *Phenol* digunakan untuk mensubstitusi penggunaan *curing agent* berbasis *amine* yang telah umum digunakan pada proses curing epoksi. Hal ini dikarenakan proses curing dengan *curing agent* berbasis *amine* memakan waktu sangat lama, yaitu hingga lebih dari 7 hari atau memerlukan temperatur curing yang tinggi (Liemawan, 2014), (Ramaputra, 2014). Dengan menggunakan *curing agent phenol*, diharapkan campuran epoksi akan memiliki properti mekanik dan termal yang lebih unggul dengan waktu curing yang lebih cepat dibandingkan dengan epoksi yang umum beredar sekarang, yakni dengan *curing agent* berbasis *amine*. Proses curing dilakukan pada temperatur serendah mungkin untuk mempermudah proses bila campuran ini nantinya diaplikasikan untuk kebutuhan di lapangan.



1. 2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh variasi komposisi *phenol* dan *triethylamine* terhadap sifat mekanik, fisik dan termal pada epoksi DGEBA?
2. Bagaimana kekuatan *adhesive* epoksi DGEBA dengan *curing agent phenol* dan *triethylamine* pada sambungan baja A36?

1. 3. Batasan Masalah

Agar tercapai pembahasan masalah yang terarah dan tepat, maka penelitian ini dibatasi pada hal-hal berikut :

1. Temperatur dan tekanan udara dianggap konstan.
2. Proses pencampuran dianggap homogen.
3. Reaksi kimia dianggap homogen.

1. 4. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mempelajari dan menganalisa pengaruh variasi komposisi *phenol* dan *triethylamine* terhadap sifat mekanik, fisik dan termal pada epoksi DGEBA.
2. Mempelajari dan menganalisa kekuatan *adhesive* epoksi DGEBA dengan *curing agent phenol* dan *triethylamine* pada sambungan baja A36.

1. 5. Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk menghasilkan epoksi sebagai *adhesive* yang dapat mengalami proses *curing* pada temperatur rendah dan memiliki sifat mekanik, fisik dan termal yang baik sehingga dapat diaplikasikan sebagai *adhesive* pada sambungan material logam.

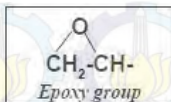
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2. 1. Epoksi

Produksi pertama resin epoksi terjadi secara simultan di Eropa dan di Amerika Serikat pada akhir 1930-an dan awal 1940-an. Pierre Castan dari Swiss dan S.O. Greenlee dari Amerika Serikat dianggap sebagai orang yang berjasa dalam meneliti reaksi *Bisphenol-A* dengan *epichlorohydrin*. Jenis resin epoksi yang mereka komersialisasikan pertama kali digunakan sebagai senyawa *casting* dan *coating*. Resin yang sama sekarang merupakan bahan pokok yang memberikan dasar bagi sebagian besar formulasi epoksi (Boyle, et al.).

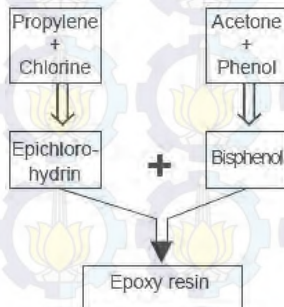
Resin epoksi adalah bahan termoset yang digunakan secara luas dalam aplikasi komposit struktural dan aplikasi komposit khusus karena epoksi menawarkan kombinasi properti yang unik yang tidak didapati pada resin termoset lainnya. Tersedia dalam berbagai bentuk fisik dari cairan berviskositas rendah hingga padatan yang memiliki temperatur leleh tinggi, resin epoksi dapat digunakan untuk berbagai macam proses dan aplikasi. Resin epoksi menawarkan kekuatan tinggi, penyusutan rendah, adhesi yang sangat baik dengan berbagai substrat, isolasi listrik yang efektif, tahan terhadap bahan kimia dan pelarut, murah, dan memiliki toksisitas rendah. Resin epoksi mudah dikeraskan dengan berbagai macam bahan kimia tanpa pembentukan bahan volatil atau produk sampingan. Resin epoksi juga kompatibel secara kimia dengan sebagian besar substrat dan cenderung membasahi permukaan dengan mudah, hal ini membuat epoksi sangat cocok untuk aplikasi komposit (Boyle, et al.)



Gambar 2.1 Gugus epoksi (Augustsson, 2004)



Dari gambar 2.1 dapat dilihat bahwa atom oksigen berada di luar rantai karbon. Epi berarti "di luar" dan bagian kedua dari kata epoksi berasal dari oksigen. Resin epoksi dibuat dari bahan kimia dasar sederhana (Augustsson, 2004).



Gambar 2.2 Skema reaksi pembentukan resin epoksi
(Augustsson, 2004)

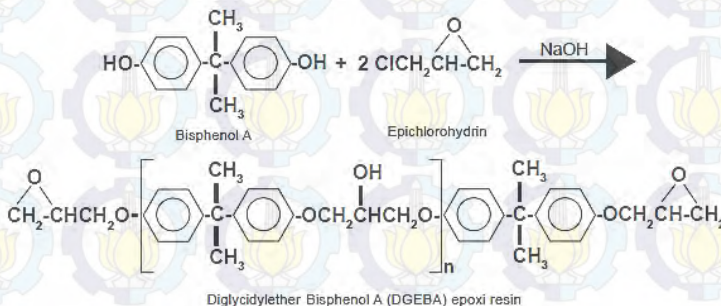
Dengan memvariasikan hubungan antara *bisphenol-A* dan *epichlorohydrin*, berbagai macam berat molekul resin epoksi dapat diperoleh. Berat molekul terendah yang dapat dicapai resin epoksi DGEBA adalah 340, tetapi jika kedua elemen dapat membentuk berat molekul yang berbeda ketika bereaksi, resin epoksi akan berisi campuran molekul epoksi dari berbagai macam panjang rantai. Oleh karena itu berat molekul dari resin epoksi tidak dapat dijadikan acuan, melainkan berat molekul rata-rata resin epoksi. Resin epoksi dengan berat molekul rata-rata lebih dari 700 disebut molekular tinggi, dan resin epoksi dengan berat molekul rata-rata kurang dari 700 disebut molekular rendah. Resin epoksi dapat menyebabkan alergi, dan berat molekul yang menentukan betapa besar risiko tersebut. Semakin tinggi berat molekul, semakin rendah kemungkinan untuk menimbulkan alergi (Augustsson, 2004).

Sebuah resin epoksi molekular rendah dengan berat molekul rata-rata 380 berwujud cair pada temperatur kamar, sementara resin epoksi dengan berat molekul rata-rata 1000



berwujud padat pada temperatur kamar. Berat molekul menentukan aplikasi dari resin epoksi. Resin epoksi molekular rendah dapat digunakan tanpa tambahan pelarut, yang mudah menguap, dan karena itu digunakan untuk proses *casting*, *coating* tebal, perekat pengisi celah, dll. Resin epoksi molekular tinggi harus dilarutkan dalam pelarut organik untuk dapat digunakan, dimana hal itu membatasi penggunaannya hanya untuk cat dan pernis (Augustsson, 2004).

Monomer epoksi yang paling populer adalah yang diturunkan dari reaksi *bis(4-hydroxy phenylene)-2,2 propane* (disebut *bisphenol A*) dan *1-chloroprene 2-oxide* (disebut *epichlorohydrin*) dengan menggunakan *sodium hydroxide*. Struktur dari kebanyakan produk yang dihasilkan, *bisphenol A diglycidyl ether* (DGEBA atau BADGE) dan bentuk terkondensasinya, tergantung pada stoikiometri reaktan. Monomer tertentu (resin) dipasarkan dengan nilai n berada dalam kisaran 0,03 - 10. Pada temperatur kamar monomer ini berbentuk solid kristalin untuk nilai n mendekati nol, liquid untuk nilai n hingga 0,5 dan solid amorfus (*glass transition temperature*, $T_g = 40-90^\circ\text{C}$) untuk nilai n yang lebih tinggi (Pascault, et al., 2010).



Gambar 2.3 Reaksi kimia pembentukan resin epoksi DGEBA (Augustsson, 2004)



Tabel 2.1
Macam-macam resin epoksi (Boyle, et al.)

Chemical class	Form	Functionality(a)	Equivalent weight(b)	Viscosity at 25 °C (77 °F)		Trade name (supplier)
				Po - s	cp	
Diglycidyl ether of bisphenol-A	Liquid	2	174-200	5-20	5,000-20,000	Epon 825, 828 (Shell) GY 2600, 6004, 6005, 6008, 6010, 6020 (Vantico) DER 330, 331, 332 (Dow) Epilcon 840, 850 (DIC)
	Solid	2	>500	Epon 1001, 1002, 1004, 1007, 1009 (Shell) GT 6063, 6084, 6097 (Vantico) DER 661, 662 (Dow) Epilcon 1050, 2050, 3050, 4050, 7050 (DIC)
	Liquid	2	165-190	2-7	2,000-7,000	Epon 862 (Shell) GY 281, 282, 285 (Vantico) DER 354, 354LV (Dow) Epilcon 830, 835 (DIC)
Phenol novolac	Semisolid	2.2-3.6	170-210	varies	varies	EPN 1138, 1139, 1179, 1180 (Vantico) DEN 431, 438 (DOW) N-738, 740, 770 (DIC)
	Semisolid	2.7-5.4	200-245	varies	varies	ECN 1273, 1280, 1285, 1299, 9311 (Vantico) N-660, 665, 667, 670, 673, 680, 690, 695 (DIC)
Bisphenol-A novolac	Semisolid-solid	SU 2-3, 3, 4 (Shell)
	Solid	...	210-280	Tactix 356 (Vantico) HP-7200 (DIC)
Diglycidyl ether of bisphenol-methane	Solid	3	150-170	Tactix 742 (Vantico)
	Liquid	3	95-115	0.55-5	550-5,000	MY 0900, 0510 (Vantico) ELM-100 (Sumitomo)
Tetrahydrofuran novolac	Liquid	4	109-134	MY 720, 721, 9512, 9612, 9634, 9655, 9663 (Vantico)
	Liquid-semisolid	4	109-134	Epilcon 430 (DIC) ELM-434 (Sumitomo)
3,4-epoxycyclohexylmethylethyl-3,4-epoxycyclohexane carboxylate	Liquid	2	131-143	0.25-0.45	250-450	CY 179 MA (Vantico) UVR-6105, 6110 (Union Carbide)

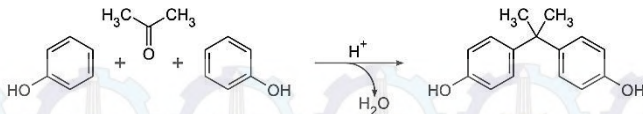
(a) Number of reactive sites per molecule. (b) Weight of resin per unit epoxide.



Ada tiga metode penting untuk menghasilkan epoksi. Pertama adalah epoksidasi katalitik. Di sini oksidasi olefin dilakukan dengan cara mengoksidasinya secara langsung dalam fase uap dengan adanya katalis seperti perak. Kedua adalah epoksidasi oleh peroksida organik dan esternya. Senyawa tak jenuh seperti asam lemak hidrokarbon dan esternya teroksidasi oleh asam *peroxyacetic*. Ketiga adalah epoksidasi dengan peroksida anorganik dan asam-peroksi anorganik. Sodium peroksida atau asam tungstat diendapkan pada permukaan inert digunakan untuk epoksidasi olefin dengan hidrogen peroksida (Bhatnagar, 1996).

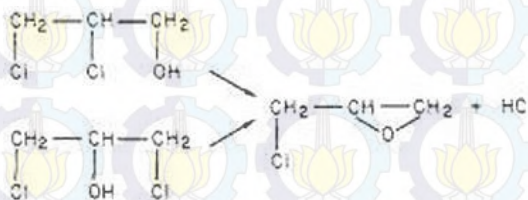
Bisphenol tertentu, seperti *4,4'-isopropylidenediphenol* (*bisphenol-A*, BPA) banyak digunakan sebagai monomer pada manufaktur material polimer, seperti termoplastik teknis. Sebagai contoh, BPA adalah monomer utama yang digunakan pada manufaktur *polycarbonate*. *Bisphenol* umumnya dibuat dengan penambahan elektrofilik *aldehyde* dan *ketone*, seperti *acetone* terhadap senyawa *hydroxy aromatic*, seperti *phenol* dengan komposisi katalis asam. Reaksi jenis ini juga disebut sebagai reaksi kondensasi dengan katalis asam. *Zeolite*, oksida logam, *polysiloxane*, dan katalis asam lainnya yang berbasis organik maupun inorganik juga dapat digunakan sebagai katalis *bisphenol* yang efektif (Carvill, et al., 2003).

Promoter reaksi juga dapat digunakan sebagai bagian dari komposisi katalis untuk meningkatkan laju reaksi dan selektivitas dari reaksi kondensasi yang diinginkan. Pada BPA, selektivitas yang diinginkan adalah untuk isomer para-para. *Promoter* yang dapat digunakan adalah *mercaptan*, terutama *thiol*, contohnya senyawa *organosulfur* yang merupakan turunan dari *hydrogen sulfide*. Kebanyakan katalis yang digunakan untuk menghasilkan *bisphenol* tidak hanya mengkatalis reaksi kondensasi yang menghasilkan *bisphenol* saja, tetapi juga mengkatalis reaksi isomerisasi antara *bisphenol* dan produk sampingan lainnya. Maka dari itu, ada waktu kontak optimum yang dapat menghasilkan konsentrasi optimum dari *bisphenol* (Carvill, et al., 2003).



Gambar 2.4 Reaksi kimia pembentukan *bisphenol A* (Carvill, et al., 2003)

Sintesis *epichlorohydrin* (EPY) dengan eliminasi *hydrogen chloride* dari *chlorohydrin* adalah hal yang penting karena EPY merupakan *intermediate* dari proses produksi resin epoksi, *glycerine*, dan beberapa produk farmasi (Lowenheim et al., 1975). Dalam sintesis EPY, seperti yang dideskripsikan oleh Myszkowski dan Zielinski (1964) dan Huntress (1948), larutan NaOH atau $\text{Ca}(\text{OH})_2$ bereaksi dengan α,β - atau α,γ -*dichlorohydrin*, seperti pada gambar 2.5. Dalam reaksi ini, EPY yang terbentuk dapat mengalami konversi menjadi *glycidol* dan *glycerine*, sehingga menghasilkan EPY yang lebih sedikit. Karena alasan ini, EPY harus dipisahkan dari lingkungan reaksi secepat mungkin. EPY harus dipisahkan dengan uap dalam kolom distilasi dan waktu kontak harus cepat untuk meminimalkan hidrolisis. Maka dari itu, dibutuhkan parameter kinetik reaksi dan data *vapor-liquid equilibrium* untuk memastikan kondisi operasi yang optimal pada proses tersebut (Carra, et al., 1979).



Gambar 2.5 Reaksi kimia pembentukan *epichlorohydrin* (Carra, et al., 1979)

Senyawa mengandung hidroksil yang paling umum digunakan untuk produksi resin epoksi adalah *phenol*, secara khusus, *bisphenol-A* atau *2,2-bis(4-hidroxy-phenil) propana*.



Bisphenol-A bereaksi dengan *1-chloro-2,3-epoxypropane* untuk menghasilkan *glycidyl ether* menurut persamaan (1) dan (2).



diikuti dengan proses dehydrohalogenasi dengan basis :



dimana X adalah halogen dan M adalah sodium atau potassium. Penambahan gugus R, persamaan (1) dan (2), terjadi paling sering pada karbon yang tersubstitusi paling sedikit. Namun, penambahan terjadi pada karbon yang paling banyak tersubstitusi untuk menghasilkan *1,3-chlorohydrin*, $ClCH_2-CH(R)CH_2OH$. Senyawa *chlorohydrin* tersebut tidak sama dengan pada penutupan cincin. Senyawa yang diinginkan mungkin mengandung ikatan klorin dalam bentuk kelompok *chloromethyl*. Produk mungkin juga mengandung sebagian kecil klorin aktif dalam bentuk *1,2-chlorohydrin* sebagai hasil dari proses dehidroklorinasi yang tidak tuntas. Pembentukan *1,3-chlorohydrin* dapat diminimalkan dengan menggunakan temperatur reaksi yang lebih rendah selama keadaan awal reaksi dan meningkatkan temperatur di akhir proses (Tanaka, 1988).

Selama reaksi, gugus epoksi yang baru terbentuk dapat bereaksi dengan gugus hidroksil *phenolic* untuk menghasilkan homolog yang lebih tinggi dari *ether* yang diinginkan. Reaksi ini dapat diminimalkan melalui penggunaan berlebihan *epichlorohydrin* melebihi rasio stoikiometri yang diperlukan. Pelarut yang mengandung hidrogen aktif juga dapat bereaksi dengan epoksi membentuk produk sampingan yang tidak diinginkan. Misalnya, air dapat menghasilkan *1,2-glicol*, sedangkan *ethanol* akan menghasilkan *hydroxyethyl ether*. Teknik telah dikembangkan untuk mengatasi kesulitan-kesulitan ini dan mendapatkan produk yang memiliki kemurnian tinggi (Tanaka, 1988).

Resin epoksi yang dibuat dari *polyol aliphatic* umumnya terdiri dalam dua tahap. *1-chloro-2,3-epoxypropane* dan *polyol*, seperti *butanediol*, *1,2-ethanediol*, *1,2,3-propanetriol*, dan



hydrogenated bisphenol-A, direaksikan dengan asam Lewis, seperti *boron-trifluoride* untuk menghasilkan *chlorohydrin*. Lalu akan dilakukan *dehydrochlorinate* oleh *sodium aluminate* atau basa lain yang cocok dalam pelarut yang tidak larut dalam air. *Polyglycidyl ether* lalu diekstrak setelah terbentuk, meminimalkan reaksi samping yang tidak diinginkan (Tanaka, 1988).

Gugus-gugus hidroksil dalam *chlorohydrin intermediate*, juga *aliphatic*, dapat bereaksi dengan gugus epoksi sebagai *polyol* awal. Dengan demikian *bischlorohydrin* dapat mengandung homolog yang lebih tinggi yang menghasilkan epoksi yang mengandung klorin pada proses *dehydrochlorination*. *Glycidyl ether aliphatic* umumnya memiliki viskositas rendah dan *wetting action* yang baik. Beberapa dengan banyak atom di antara sisi reaktif memberikan fleksibilitas ketika proses *curing* dengan *curing agent* konvensional (Tanaka, 1988).

Saat ini ada lebih dari 50 zat berbeda yang memenuhi definisi sebagai resin epoksi. Jika juga ditambahkan bahwa ada beberapa ratus *hardener* yang berbeda, mudah dimengerti bahwa properti epoksi dapat dimodifikasi untuk memenuhi kebutuhan yang beragam. Namun demikian, sifat dasar tertentu selalu ada (Augustsson, 2004).

Adhesi, salah satu properti epoksi yang paling berkarakteristik adalah kemampuan untuk melekat pada berbagai macam substrat. Alasannya adalah adanya gugus hidroksil polar, dan ikatan *ether*. Penyusutan yang diabaikan juga mensyaratkan bahwa kontak antara epoksi dan substrat tidak terganggu oleh adanya tegangan. Tegangan permukaan epoksi sering kali berada di bawah energi permukaan kritis sebagian besar bahan. Ini adalah salah satu persyaratan untuk proses pelekatan (adhesi) dapat dicapai (Augustsson, 2004).

Sifat lainnya adalah kekuatan mekanik. Tidak ada plastik keras lainnya yang dapat memiliki kekuatan mekanik setinggi epoksi. Sekali lagi, hal ini dikarenakan penyusutan yang minimal sehingga pembentukan tegangan tidak terjadi. Kekuatan tarik dapat melebihi 80 MPa (Augustsson, 2004).



Berkat berbagai macam properti pada epoksi, epoksi dapat dirancang untuk tahan terhadap sebagian besar bahan kimia. Secara umum, epoksi sangat tahan terhadap alkali, yang mana hal itu sangat penting dalam perlakuan permukaan pada beton (Augustsson, 2004).

Epoksi juga umumnya memiliki ketahanan transmisi uap yang relatif tinggi, namun dengan teknik spesial, epoksi dapat dibuat terbuka terhadap difusi. Epoksi yang terbuka terhadap difusi dapat diterapkan pada, misalnya, beton basah dan memberikan adhesi yang lebih tinggi dari kekuatan tarik beton. Epoksi pun harus kedap air karena sering digunakan untuk proteksi terhadap air (Augustsson, 2004).

Epoksi merupakan isolator listrik yang baik. Volume resistivitasnya berkisar $10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$. Hal ini dikombinasikan dengan ketahanan kelembaban yang tinggi dan ketahanan kimia membuat epoksi cocok untuk pembuatan komponen elektronik dan penempelan transformator (Augustsson, 2004).

Ketika berbicara mengenai ketahanan panas, epoksi yang mengalami proses pengerasan pada temperatur kamar sedikit berbeda dengan epoksi yang mengalami proses pengerasan pada temperatur tinggi. Ketahanan panas sering ditentukan dengan HDT (*Heat Deflection Temperature*) atau T_g (*Glass transition temperature*). Pada HDT, kekuatan mekanik menurun dengan cepat. Epoksi yang mengalami proses pengerasan pada temperatur kamar jarang mencapai HDT di atas 70°C , sedangkan pada epoksi yang mengalami proses pengerasan pada temperatur tinggi bisa mencapai 250°C (Augustsson, 2004).

Resin epoksi berbasis *phenol* umumnya memiliki ketahanan termal yang baik karena merupakan material *thermosetting* dengan ketahanan terhadap api dan memiliki sifat insulasi yang bagus, sehingga banyak digunakan untuk aplikasi *foundry*, *coating*, *fire retardant* dan insulasi termal. Resin epoksi ini juga banyak diaplikasikan sebagai matriks komposit karena ketahanannya terhadap api dan stabilitas termalnya yang disebabkan oleh cincin aromatik dan struktur *cross-linking* pada

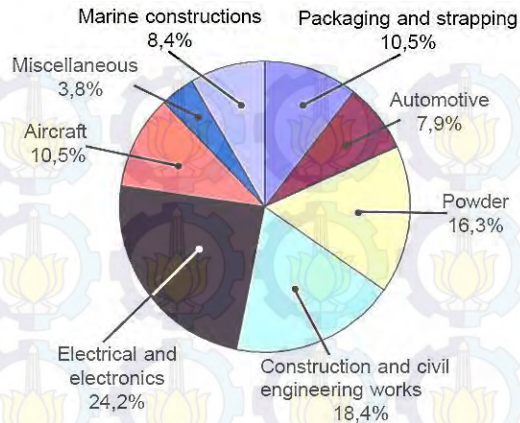


struktur molekulnya (Laza, et al., 2005), (Shokralla, et al., 2009). Properti temperatur dari campuran epoksi-*curing agent* dengan proses *mixing* pada temperatur ruangan, merupakan fungsi dari komposisi. Fase tunggal yang dihasilkan dari proses *mixing* merupakan hasil dari kelarutan secara fisik (Huang, et al., 2002).

Salah satu properti utama dari epoksi adalah kemampuannya yang hampir tak terbatas untuk dapat dimodifikasi properti akhirnya untuk dapat memenuhi persyaratan khusus. *Hardener* memiliki pengaruh utama terhadap sifat epoksi, tetapi ada banyak zat lain juga yang mempengaruhi properti produk epoksi (Augustsson, 2004).

Epoksi yang berbasis resin epoksi aromatik adalah sensitif terhadap cahaya dalam frekuensi gelombang UV. Radiasi langsung dengan sinar *ultraviolet* dengan cepat menyebabkan warnanya berubah menjadi menguning. Bahkan sinar matahari normal mengandung radiasi *ultraviolet* yang cukup bagi epoksi untuk menguning. Epoksi yang paling tahan terhadap sinar UV adalah resin epoksi *aliphatic* dengan *hardener* berupa *anhydride* atau *amine* (Augustsson, 2004).

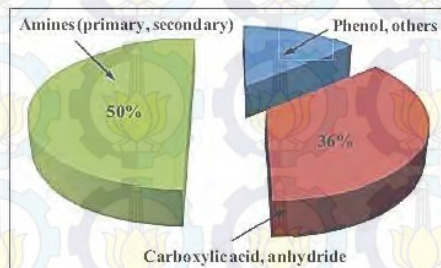
Resin epoksi umum digunakan sebagai perekat (*adhesive*), *coating*, *encapsulation*, bahan *casting*, dan *binder*. Beberapa aplikasi epoksi yang paling menarik ditemukan pada industri kedirgantaraan dan hiburan atau rekreasi, di mana resin dan *fiber* dikombinasikan untuk menghasilkan struktur komposit kompleks. Teknologi epoksi memenuhi berbagai macam kebutuhan desain komposit non-logam dalam aplikasi kedirgantaraan komersial dan militer, termasuk panel lantai, ducting, stabilisator vertikal dan horisontal, sayap, dan bahkan badan pesawat. Material yang sama yang dikembangkan untuk aplikasi kedirgantaraan, juga sekarang sedang digunakan untuk menghasilkan frame ringan untuk sepeda, golf, papan salju, mobil balap, dan alat musik (Boyle, et al.). Bagan aplikasi material epoksi pada berbagai bidang :



Gambar 2.6 Diagram aplikasi epoksi pada berbagai bidang (Augustsson, 2004)

2. 2. *Curing Agent (Hardener)*

Sebagian besar aplikasi industri dari resin epoksi adalah pada jenis termoset, sebuah proses dimana resin epoksi bereaksi dengan *curing cross-link agent* yang dikenal sebagai *hardener*. Kelas terbesar dari *hardener* (50%) menggunakan *primary* dan *secondary amine*. Kelas terbesar kedua dari *hardener* adalah *carboxylic acid* dan *anhydride*, yang membentuk sekitar 36% dari kelas tersebut. Segmen yang tersisa adalah *phenol* dan zat terkait (Pham, 2011).



Gambar 2.7 Diagram total *curing agent* yang digunakan pada pasar Amerika Serikat tahun 2001 (Pham, 2011)



Untuk mendapatkan sifat yang diinginkan, harus dilakukan pemilihan resin epoksi, *curing agent* yang tepat, dan proporsi epoksi / *curing agent* dalam sebuah proses formulasi. Kadang-kadang zat tambahan seperti *catalyst*, *accelerator*, *filler*, pelarut, pengencer, *plasticizer*, dan *toughener* diperlukan untuk memfasilitasi proses *curing* atau untuk meningkatkan sifat akhir produk (Pham, 2011).

Ketika memilih kombinasi resin-*curing agent*, aplikasi atau penggunaan akhir dari epoksi tersebut menentukan karakteristik resin yang harus dibangun ke dalam sistem tertentu. Resin epoksi dapat dirumuskan dalam jumlah cara yang tak terbatas untuk memanipulasi karakteristik seperti stabilitas sistem, kinetika proses *curing*, bentuk fisik, Ts, performa mekanik, dan ketahanan kimia. Waktu *curing* berkisar dari durasi detik hingga hitungan hari, dengan beberapa sistem diaktifkan oleh panas yang laten selama berbulan-bulan sampai bertahun-tahun pada temperatur kamar. Resin yang tidak melalui proses *curing* dapat berbentuk solid, kenyal atau cair, lengket atau kering, dan dapat mengalami proses *curing* pada temperatur 5-260°C (40-500°F). Produk yang telah melewati proses *curing* dapat menjadi lembut / lunak dan lentur atau kaku dan *glassy*, dengan *glass transition temperature* mulai dari di bawah temperatur kamar hingga 260°C (500°F) dan elongasi tarik dari 1% hingga lebih dari 100% (Boyle, et al.).

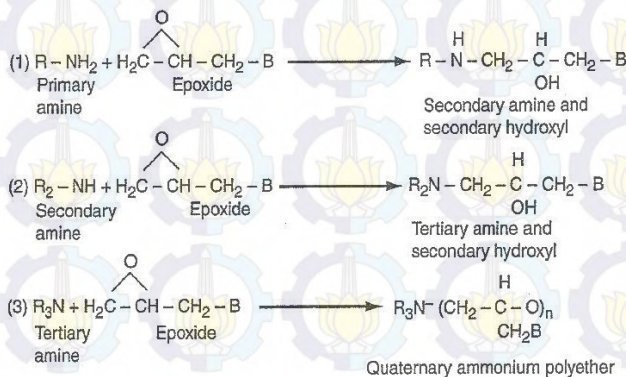
Proses *curing* gugus epoksi terjadi baik di antara molekul epoksida itu sendiri atau oleh reaksi antara gugus epoksi dan molekul reaktif lainnya dengan atau tanpa bantuan katalis. Proses pertama dikenal dengan istilah homopolimerisasi, atau *corrective curing*; dan yang kedua merupakan reaksi penambahan atau reaksi *curing* katalitik. Kedua reaksi menghasilkan penyambungan serta *crosslinking* (Bhatnagar, 1996).

Terdapat berbagai macam jenis *curing agent*, salah satunya adalah *amine*. Senyawa *amine* diklasifikasikan menjadi *primary amine*, *secondary amine* dan *tertiary amine*, di mana satu, dua dan tiga molekul hidrogen dari amonia (NH_3) telah



disubstitusi dengan hidrokarbon masing-masing. *Amine* disebut *monoamine*, *diamine*, *triamine*, atau *polyamine* sesuai dengan jumlah *amine* dalam satu molekul. *Amine* diklasifikasikan menjadi *aliphatic*, *alicyclic*, dan *aromatic amine* sesuai dengan jenis hidrokarbon yang terlibat (Three Bond, 1990).

Aliphatic amine adalah *curing agent* untuk resin epoksi dan mampu untuk mengalami reaksi *curing* pada temperatur kamar. Resin yang telah mengalami proses *curing* memiliki properti yang sangat baik, dan tahan panas hingga 100°C. *Aromatic amine* telah dikembangkan untuk mencapai ketahanan panas dan ketahanan kimia yang lebih tinggi dibandingkan dengan *aliphatic amine*. Proses *curing* resin epoksi oleh *curing agent* berupa *amine* dinyatakan dengan rumus di bawah ini; hidrogen aktif pada *primary amine* bereaksi dengan gugus epoksi untuk membentuk *secondary amine*, dan *secondary amine* bereaksi dengan gugus epoksi sehingga terjadi proses *curing*. Kemudian, *tertiary amine* yang dihasilkan mempolimerisasi gugus epoksi (Three Bond, 1990).



Gambar 2.8 Struktur kimia *primary amine*, *secondary amine* dan *tertiary amine* (Boyle, et al.)

Jenis *amine* yang pertama adalah *aliphatic amine*. *Primary amine* dan *secondary amine* berperan sebagai reaksi



adisi dimana satu gugus nitrogen-hidrogen bereaksi dengan satu gugus epoksi. Reaksi dengan *tertiary amine* yang merupakan hasil dari pasangan elektron yang tidak dipakai bersama pada nitrogen. Karena tidak ada gugus hidroksil sekunder yang dihasilkan, resin dapat dikatakan *homopolymerize*. Terdapat banyak kombinasi karena berbagai struktur epoksi yang tersedia dapat berisi satu, dua, tiga, atau lebih sisi reaktif dan *amine* dapat mengandung beberapa gugus nitrogen-hidrogen. Baik jumlah dan jarak antara gugus reaktif dapat mempengaruhi kinerja material. Jarak antara gugus reaktif dapat bervariasi, dengan sedikit gugus terpisah jauh menghasilkan produk yang lunak dan sangat fleksibel sementara dan banyak gugus terpisah dekat menghasilkan produk keras dan rapuh. (Boyle, et al.).

Primary amine yang umumnya digunakan adalah *diethylene triamine (DETA)*, *triethylene tetramine (TETA)*, *tetraethylenepentamine (TEPA)*, and *N-aminoethyl-piperazine (N-AEP)*. Meskipun *amine* dapat mengalami proses *curing* pada temperatur kamar, Tg sering ditingkatkan dengan proses *curing* temperatur tinggi atau *post-cure*. Ts yang ditingkatkan dari material ini, akan selalu 10 sampai 20°C (20 sampai 35°F) di bawah temperatur *curing* (Boyle, et al.).

Resin yang telah mengalami proses *curing* menggunakan *aliphatic amine* akan menjadi kuat, dan memiliki sifat ikatan yang sangat baik. Ia memiliki ketahanan terhadap alkali dan beberapa asam anorganik, dan memiliki ketahanan yang baik terhadap air dan pelarut, tetapi tidak begitu baik terhadap kebanyakan pelarut organik. *Aliphatic amine* menyebabkan iritasi pada kulit dan memiliki toksisitas. Meskipun *aliphatic amine* yang memiliki berat molekul tinggi dan tekanan uap yang rendah kurang beracun, penanganan yang baik tetap diperlukan (Three Bond, 1990).

Jenis *amine* yang kedua adalah *aromatic amine*. Reaksi antara *aromatic amine* dan resin epoksi memiliki mekanisme yang sama seperti gambar 2.8. Reaksi berjalan lebih lambat karena *nucleophilicity* yang lebih rendah dan faktor sterik,



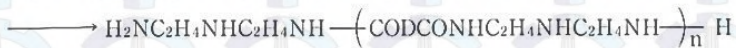
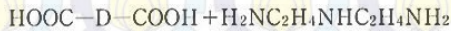
sehingga sistem membutuhkan temperatur yang lebih tinggi dari temperatur kamar. Meskipun tidak beracun seperti *aliphatic amine*, kebanyakan *aromatic amine* membuat kulit menjadi peka atau iritasi dan harus ditangani dengan tindakan pencegahan yang tepat. Salah satu *aromatic amine* yang pertama kali digunakan dalam dunia industri, *4,4'-diaminodiphenyl methane* (disebut sebagai DADM, MDA, or DDM pada beberapa literatur), menunjukkan salah satu keseimbangan properti yang paling baik yang tersedia di pasar dari antara curing agent lainnya. Namun, saat ini jarang digunakan karena telah diidentifikasi sebagai zat karsinogen (Boyle, et al.).

Biasanya, proses *curing aromatic amine* membutuhkan pemanasan dalam dua tahap. Pemanasan pertama dilakukan pada temperatur yang agak rendah, sekitar 80°C dan pemanasan kedua dilakukan pada temperatur tinggi yaitu 150°C hingga 170°C. *Aromatic amine* mempunyai ketahanan panas yang sangat baik, HDT mencapai 150°C hingga 160°C, dan memiliki properti mekanik yang baik dan kuat. Selain itu, *aromatic amine* memiliki properti kelistrikan yang baik dan ketahanan kimia yang sangat baik, khususnya terhadap alkali, dan dengan demikian ia merupakan *curing agent* yang sangat tahan terhadap pelarut (Three Bond, 1990).

Curing agent lain yang sering digunakan adalah resin *polyamide*. Resin *polyamide*, yang telah banyak digunakan sebagai *curing agent* untuk resin epoksi, dibentuk oleh reaksi kondensasi antara asam dimer dan *polyamine*, dan berisi *primary amine* dan *secondary amine* yang reaktif dalam molekul-molekulnya. *Polyamide amine* bereaksi dengan resin epoksi *bisphenol-A* untuk memulai proses *curing* pada atau di bawah temperatur normal dengan pembentukan panas dalam level sedang. Proses *curing* berjalan sangat lambat sehingga ia memiliki *pot life* yang panjang. Karena *polyamide* memiliki gugus hidrokarbon yang tinggi dalam molekul-molekulnya, maka ia dapat membuat proses *curing* resin epoksi menjadi polimer termoset kaku yang memiliki plastisitas tinggi. Resin yang sudah



mengalami proses *curing* memiliki kekuatan tarik, kompresi, dan kekuatan lentur yang tinggi, sementara itu tetap kaku, kuat, dan memiliki ketahanan kejut yang sangat baik (Three Bond, 1990).



Gambar 2.9 Struktur kimia resin *polyamide* (Three Bond, 1990)

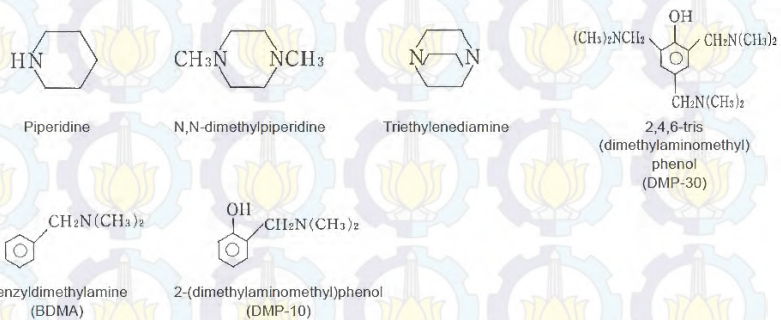
Secara umum, *polyamide* kurang reaktif daripada kebanyakan *polyamine*, oleh karena itu, *polyamide* sering dimodifikasi atau diaduksi dalam rangka meningkatkan reaktivitasnya dalam kondisi *ambient*, menurunkan viskositasnya, dan meningkatkan kompatibilitasnya dengan resin epoksi. *Polyamide* menawarkan adhesi yang sangat baik, toksisitas rendah, dan ketangguhan yang baik, tetapi warnanya yang cenderung agak gelap dapat membatasi aplikasinya. *Polyamide* sering digunakan untuk *coating*, *adhesive*, dan *sealant* (Boyle, et al.).

Curing agent lainnya yang umum digunakan adalah *secondary amine* dan *tertiary amine*. *Tertiary amines* (Lewis bases) bereaksi dengan cara *catalytic anionic polymerization*. Reaktivitas *tertiary amine* bervariasi karena kerapatan elektron di sekitar nitrogen berbeda-beda. Komposisi dan lokasi gugus hidrokarbon pada *amine* akan mempengaruhi kerapatan elektron. Homopolimerisasi menyebabkan *glass transition temperature* yang lebih tinggi, ketahanan kimia yang lebih baik, dan produk yang lebih rapuh dibandingkan dengan resin yang telah mengalami proses *curing* melalui reaksi adisi (Boyle, et al.).

Tertiary amine, hidrogen aktif yang telah sepenuhnya digantikan oleh karbon hidroksida, tidak menyebabkan reaksi tambahan pada resin epoksi, tetapi bekerja sebagai katalis polimerisasi. Dengan demikian, bebannya tidak konstan dan tergantung pada jenis *curing agent*. Temperatur *curing* secara signifikan mempengaruhi kecepatan *curing*, panas yang

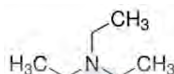


dihasilkan, dan properti dari resin yang telah mengalami proses *curing*. Karena itu, *tertiary amine* jarang digunakan sendiri, karena, terutama pada *casting* berukuran besar, ada perbedaan properti pada daerah pusat dan daerah luar karena adanya sejumlah besar panas yang dihasilkan. *Amine* ini banyak digunakan pada cat dan perekat. Meskipun *tertiary amine* kurang berguna sebagai *curing agent*, ia adalah senyawa yang sangat penting sebagai akselerator untuk *acid anhydride*, dan berguna sebagai *accelerator* atau *curing agent* tambahan untuk *polyamine* dan *curing agent* dari *polyamide* (Three Bond, 1990).



Gambar 2.10 Struktur kimia *secondary amine* dan *tertiary amine* (Three Bond, 1990)

Triethylamine merupakan material awal pada preparasi surfaktan, bahan pembantu dalam tekstil dan proses pengapungan, inhibitor korosi dan buih, aditif untuk keperluan farmasi dan sebagai antioksidan untuk lemak dan minyak. *Triethylamine* dapat dibuat dengan proses hidrogenasi dari senyawa nitrit atau nitro yang sesuai, dengan reduksi aminasi aldehyd dan keton yang sesuai oleh aminasi oleh alkohol yang juga sesuai. Khususnya, *triethylamine* dibuat dalam skala industri oleh proses aminasi alkohol yang sesuai atau senyawa karbonil yang sesuai dengan katalis logam yang mungkin dapat membantu dalam kondisi hidrogenasi (Bohling, et al., 2007).



Gambar 2.11 Struktur kimia *triethylamine* (Bohling, et al., 2007)

Proses preparasi *triethylamine* adalah dengan tahap-tahap berikut :

- Reaksi pencampuran antara *diethylamine* dan *dimethylamine* dengan *ethylene* dengan adanya katalis dengan gugus logam alkali *dimethylamide*, logam alkali *diethylamid* dan logam alkali *hydride*.
- Penghilangan katalis.
- Pemisahan distilasi dari campuran yang dihasilkan pada *triethylamine* dan *ethyldimethylamine* dan secara opsional *diethylamine* dan *dimethylamine*.
- Pengembalian secara opsional dari katalis dan *amine* awal pada reaksi (Bohling, et al., 2007)

Tabel 2.2

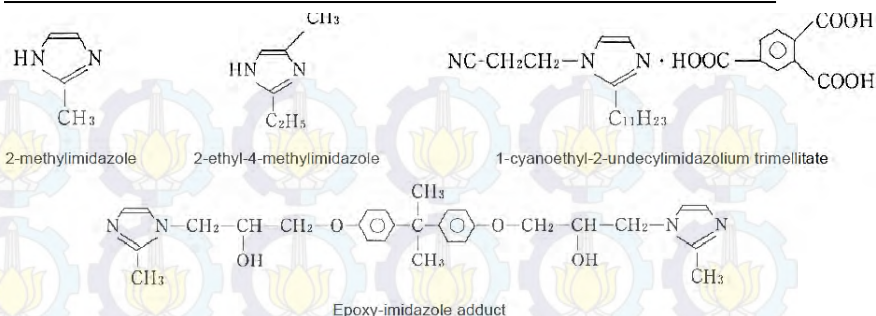
Sintesis *triethylamine* (Bohling, et al., 2007)

Triethylamine synthesis at 40 bar, 70° C., catalyzed with 60 mmol of sodium dimethylamide								
Time	GC analysis area, %			Internal	Jacket	Pressure	Ethene	Ethene
min	DEA	TEA	DEA + TEA	in ° C.	in ° C.	in bar	g of feed	g of uptake
Triethylamine synthesis: 40 bar, 70° C., catalyzed with 60 mmol of sodium diethylamide								
0	Start			68.1	80.7	0-38	98.3	in 10 min
15	88.59	5.48	94.07	68.2	79.8	40.0	106.4	8.1
30	85.88	11.94	97.82	71.0	77.8	40.0	120.8	14.4
60	75.75	20.29	96.04	70.6	77.8	40.0	138.2	17.4
120	60.62	34.21	94.83	71.3	77.2	39.0	157.2	19.0
150				70.9	76.7	39.0	171.5	14.3
180				70.6	76.5	39.0	179.0	7.5
240	48.05	48.60	96.65	70.6	77.7	39.0	187.0	8.0
360	39.87	54.84	94.71	70.5	76.3	39.0	192.0	5.0
Triethylamine synthesis: 40 bar, 70° C., catalyzed with 60 mmol of sodium dimethylamide								
0	Start			71.5	75.7	0-38	74.0	in 2 min
15	88.52	6.12	94.64	69.5	83.5	42.0	106.0	32.0
30	85.91	9.93	95.84	72.6	76.7	40.0	117.0	11.0
60	75.39	18.74	94.13	72.4	74.8	41.0	135.3	18.3
120	65.44	31.24	96.68	71.3	73.6	40.5	158.3	23.0
150				71.4	73.5	40.5	171.2	12.9
180				71.0	74.3	40.5	177.4	6.2
240	51.25	46.46	97.71	70.8	73.9	40.5	186.0	8.6
360	44.99	51.74	96.73	70.7	74.4	40.5	204.1	18.1



Jenis lain dari *curing agent* adalah *imidazole*. *Imidazole* adalah *curing agent* unik yang diaplikasikan pada bidang elektronik, perekat struktural, otomotif, dan komposit kedirgantaraan. *Imidazole* umumnya bekerja sebagai akselerator untuk reaksi antara epoksi dan *curing agent* lain, tetapi juga dapat sangat efektif sebagai *curing agent* tunggal (Boyle, et al.).

Seperti *tertiary amine*, *imidazole* adalah jenis *anionic polymerization curing agent* untuk resin epoksi. *Imidazole* ditandai dengan *pot life* yang relatif lama, kemampuan untuk membentuk resin *curing* dengan temperatur deformasi tinggi dengan cara memberi perlakuan panas pada temperatur sedang (80°C - 120°C) dalam waktu yang singkat, dan ketersediaan berbagai derivatif yang memiliki reaktivitas moderat yang meningkatkan kemampuan kerja. Misalnya, *carboxylic imidazole*, *epoxy-imidazole adduct*, senyawa kompleks garam-*imidazole* logam, dan *imidazole* yang telah direaksikan dengan zat asam yang digunakan sebagai *curing agent*. Semua dimaksudkan untuk meningkatkan kemampuan kerja dengan cara mencapai *pot life* yang lama dan proses *curing* cepat pada temperatur yang diinginkan (100°C sampai 180°C), dan telah digunakan dalam komposisi senyawa resin seperti *coating* termoset satu sisi, bahan *casting*, dan bahan *filler*. Selain itu, seperti pada jenis *tertiary amine* lain, *imidazoles* dapat digunakan sebagai *accelerator* pada proses *curing* atau *curing agent* tambahan untuk *organic acid anhydride*, *disiandiamide*, *phenol polyhidrate*, dan *aromatic amine*. Pada kasus-kasus tersebut, *imidazole* menunjukkan properti yang lebih baik daripada jenis lain dari *tertiary amine*, termasuk *pot life* yang lebih lama, kecepatan proses *curing*, dan ketahanan panas yang lebih tinggi (Three Bond, 1990).



Gambar 2.12 Struktur kimia *imidazole* (Three Bond, 1990)

Curing agent unik lainnya adalah *polymercaptan*. *Polymercaptan* cair, yang mengalami proses *curing* pada temperatur 0°C hingga -20°C , menarik perhatian sebagai *curing agent* temperatur rendah. Penambahan *tertiary amine* dibutuhkan sebagai *accelerator*. Pada temperatur normal, *polymercaptan* memiliki *pot life* selama 2 hingga 10 menit, mengalami proses curing dengan cepat dan mencapai kekuatan praktis dalam 10 sampai 30 menit. Struktur berikut menunjukkan satu jenis *curing agent polymercaptan* (Three Bond, 1990).

Seperti *polymercaptan* cair, resin *polysulfide* memiliki gugus *mercaptan* pada ujungnya, tetapi resin *polysulfide* tidak memiliki properti *curing* cepat dengan temperatur rendah dan digunakan sebagai *curing agent*, juga merangkap sebagai *flexibilizer*. Biasanya, resin *polysulfide* bekerja sebagai *curing agent* temperatur kamar bila digunakan dalam kombinasi dengan *tertiary amine* atau *curing agent* berupa *polyamine*. Penggunaannya adalah 50 hingga 100% berat dan dengan semakin banyaknya penggunaan *polysulfide*, resin yang telah mengalami proses *curing* mengalami peningkatan dalam *flexibility*, *shock resistance*, dan *permittivity*, tetapi mengalami penurunan pada *curing shrinkage*. Karena properti ketahanan airnya yang baik, resin *polysulfide* telah digunakan dalam *adhesive*, *sealing agent*, dan bahan *casting* (Three Bond, 1990).



Salah satu *curing agent* yang paling umum digunakan adalah *anhydride*. *Anhydride* adalah salah satu kelas utama *curing agent* epoksi yang tersedia dalam berbagai bentuk fisik dari berbagai pemasok. Sebagian besar produk yang digunakan dalam aplikasi epoksi-komposit adalah cairan berviskositas rendah atau campuran eutektik berviskositas moderat; meskipun demikian, beberapa *anhydride* padat juga tersedia. Mekanisme reaksi antara *curing agent anhydride* dan resin epoksi tergolong rumit, karena tiga reaksi bersaing berlangsung. *Anhydride* bereaksi dengan hidroksil epoksi untuk membentuk setengah ester. Setengah-ester yang mengandung gugus karboksil bebas kemudian tersedia untuk bereaksi dengan cincin epoksida, yang menghasilkan hidroksil lain. Hidroksil yang baru terbentuk dapat bereaksi dengan *anhydride* lain atau, dengan adanya asam bebas, dapat bereaksi dengan epoksi lain untuk membentuk hubungan eter (Boyle, et al.).

Secara umum, reaksi resin epoksi dengan *anhydride* lebih lamban dibandingkan dengan *aliphatic amine* atau *amide*, dengan proses *curing* yang lama dan profil *postcure* diperlukan untuk menghasilkan sifat yang diinginkan. *Primary cure* terjadi antara temperatur 80-150°C (175-300°F) dengan *postcure* berkisar hingga 200°C (390°F). *Accelerator*, biasanya *tertiary amine* atau *imidazole*, digunakan dalam kisaran 0,5-3,0% untuk mengkatalisis reaksi epoksi-*anhydride* dan mempercepat proses *curing*. Contoh *anhydride* adalah *methyl tetrahydro-phthalic anhydride*, *nadic methyl anhydride*, and *methyl hexahydro-phthalic anhydride*. Beberapa akselerator yang umum digunakan adalah *dimethylaminomethylphenol*, *benzyl-dimethylamine*, *phenylimidazole*, and *ethylmethyylimidazole* (Boyle, et al.).

Aromatic anhydride umumnya berbentuk padat. Telah digunakan dalam cat serbuk untuk *molding* serbuk, dan pernisnya dan larutan *anhydride* cair telah digunakan dalam *insulating coating* untuk kondensor dan *casting* (Three Bond, 1990).

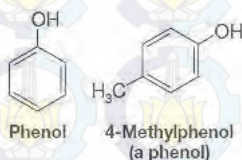
Alicyclic anhydride adalah *curing agent* yang paling umum untuk resin epoksi. Sebagian besar *anhydride* yang



umumnya digunakan termasuk dalam kategori ini. Dari jumlah tersebut, *curing agent* yang paling utama adalah *methyltetrahydro phthalic anhydride*, *tetrahydro phthalic anhydride*, *methyl nadic anhydride*, *hexahydro phthalic anhydride*, and *methylhexahydro phthalic anhydride* (Three Bond, 1990).

Jenis *aliphatic anhydride* seperti *polycarboxylic anhydrides*, dibentuk oleh reaksi dehidrasi kondensasi antar molekul *aliphatic dibasic-acid*, menunjukkan *flexibility* dan *thermal shock resistance* yang sangat baik, dan telah digunakan atau dikombinasikan dengan *anhydride* lainnya dalam cat serbuk dan *curing agent* resin casting. Ketika *anhydride* digunakan sebagai *curing agent*, *curing accelerator* biasanya digunakan. Banyak jenis *accelerator*, seperti *tertiary amine*, *boric-acid ester*, *Lewis acid*, senyawa logam organik, garam logam organik, dan *imidazole* telah dipelajari (Three Bond, 1990).

Curing agent lain yang menarik adalah *phenol*. *Phenol* adalah senyawa yang memiliki gugus *hydroxyl* yang melekat secara langsung pada cincin *benzene*. *Phenol* merupakan nama spesifik untuk *hydroxybenzene* dan nama umum untuk kelompok senyawa turunan *hydroxybenzene* (Solomons, et al., 2013).



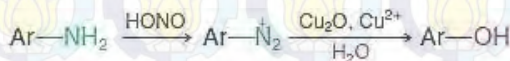
Gambar 2.13 Struktur kimia *phenol* dan senyawa turunan *phenol* (Solomons, et al., 2013)

Adanya gugus *hydroxyl* pada *phenol* menunjukkan bahwa beberapa sifat *phenol* mirip dengan alkohol. Contohnya, *phenol* dan alkohol mampu membentuk ikatan hidrogen intermolekular yang kuat, sehingga memiliki titik didih yang lebih tinggi daripada hidrokarbon lain yang memiliki berat molekular yang sama. *Phenol* (titik didih : 182°C) memiliki titik didih 70°C lebih

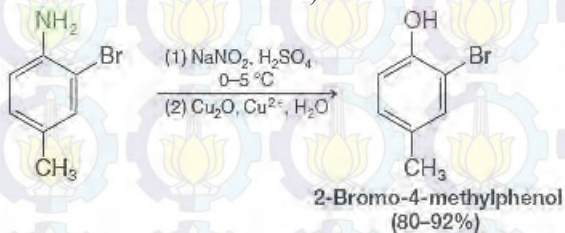


tinggi daripada *toluene* (titik didih : 110,6°C) meskipun kedua senyawa tersebut memiliki berat molekular yang hampir sama. *Phenol* juga mudah larut dalam air karena kemampuannya untuk membentuk ikatan hidrogen yang kuat dengan molekul air (Solomons, et al., 2013).

Sintesis *phenol* pada skala laboratorium yang paling penting adalah proses hidrolisis garam *arenediazonium* (Gambar 2.14). Metode ini sangat serba guna dan tidak diperlukan kondisi khusus untuk tahap *diazotization* dan tahap hidrolisis. Hal ini berarti gugus lain pada cincin *benzene* tidak akan terpengaruh (Solomons, et al., 2013).

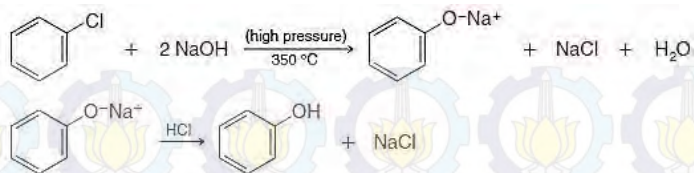


Gambar 2.14 Reaksi umum sintesis *phenol* (Solomons, et al., 2013)



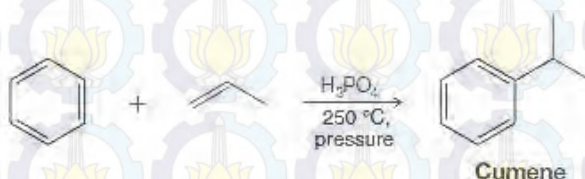
Gambar 2.15 Reaksi spesifik sintesis turunan *phenol* (Solomons, et al., 2013)

Sintesis *phenol* yang dilakukan pada dunia industri secara mayoritas terdiri dari dua macam proses. Yang pertama adalah proses hidrolisis *chlorobenzene* (*Dow Process*). Dalam proses ini, *chlorobenzene* dipanaskan hingga 350°C (dengan tekanan tinggi) menggunakan *aqueous sodium hydroxide*. Reaksi ini menghasilkan *sodium phenoxide*, yang pada tahap *acidification*, akan menghasilkan *phenol*. Mekanisme reaksi mungkin melibatkan pembentukan *benzyne* (Solomons, et al., 2013).



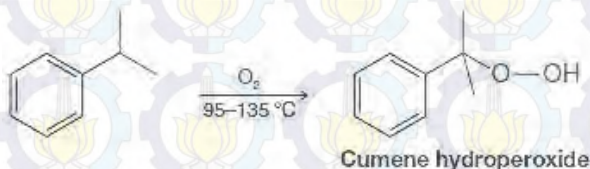
Gambar 2.16 Reaksi hidrolisis *chlorobenzene* (Solomons, et al., 2013)

Sintesis *phenol* jenis kedua adalah dari *cumene hydroperoxide*. Proses ini mengilustrasikan kimia industri dengan baik. Secara keseluruhan, ini adalah metode untuk mengubah dua senyawa organik yang relatif murah, *benzene* dan *propane*, menjadi dua senyawa organik yang berharga mahal, *phenol* dan *acetone*. Satu-satunya substansi lain yang digunakan adalah oksigen dari udara. Kebanyakan produksi *phenol* di seluruh dunia menggunakan metode ini. Sintesis dimulai dengan *Friedel-Crafts alkylation* dari *benzene* dengan *propene* untuk menghasilkan *cumene* (*isopropylbenzene*) :



Gambar 2.17 *Friedel-Crafts alkylation* (Solomons, et al., 2013)

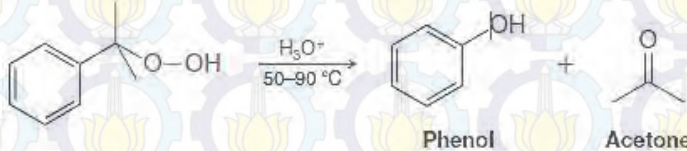
Lalu *cumene* dioksidasi menjadi *cumene hydroperoxide* :



Gambar 2.18 Oksidasi *cumene* (Solomons, et al., 2013)



Ketika diberi 10% *sulfuric acid*, *cumene hydroperoxide* mengalami *hydrolitic rearrangement* yang menghasilkan *phenol* dan *acetone* (Solomons, et al., 2013).



Gambar 2.19 *Hydrolitic rearrangement cumene hydroperoxide*
(Solomons, et al., 2013)

Termoset dengan *phenol* menghasilkan karakteristik isolasi yang sangat baik, sifat *adhesive* yang baik, ketahanan kimia yang luar biasa, mempertahankan properti dalam kondisi operasi yang berat, adsorpsi kelembaban rendah, dan tidak ada reaksi samping. Reaksi *curing* epoksi-*phenol* dapat dilakukan pada temperatur sedang (150-200°C) dengan adanya katalis seperti *quaternary ammonium salt*, *tertiary amine*, dan/atau *metal alkoxide*. Di antara jenis-jenis katalis ini, *tertiary amine* sering digunakan (Pham, 2011)

Salah satu jenis *curing agent* yang masih sangat baru adalah *light-curing* dan *ultraviolet (UV) curing agent*. *Light-curing* dan *ultraviolet (UV) curing agent* bersifat stabil dalam resin epoksi, dan terdekomposisi oleh paparan cahaya atau UV untuk melakukan proses *curing* pada resin. *Curing agent* jenis ini dianggap sebagai jenis *curing agent* laten, dan menarik perhatian sebagai bahan baku potensial untuk cat ramah lingkungan dan tinta cetak, dimana *curing agent* akan dilarutkan dalam resin cair dengan tidak menggunakan pelarut (Three Bond, 1990). Contoh *ultraviolet (UV) curing agent* adalah sebagai berikut (dalam bentuk garam onium) :



Diphenyliodonium hexafluorophosphate Triphenylsulfonium hexafluorophosphate

Gambar 2.20 Struktur kimia *diphenyliodonium hexafluorophosphate* dan *triphenylsulfonium hexafluorophosphate* (Three Bond, 1990)

2. 3. Reaksi *Curing* Epoksi-*Phenol*

Terdapat tiga macam ikatan hidrogen kompleks yang memungkinkan dibentuk dengan menggunakan epoksi (dinotasikan sebagai E), *phenol* (dinotasikan sebagai PhOH) dan katalis *tertiary amine* (dinotasikan sebagai NR_3), yaitu epoksi-*phenol*, *phenol-tertiary amine* dan *phenol-phenol*. Hasil dari reaksi *curing* epoksi-*phenol* dengan katalis maupun tidak, dapat pada Tabel 2.3. Reaksi *curing* epoksi-*phenol* dengan tidak menggunakan katalis meliputi dua *pathway*, yakni *isolated pathway* (R_i) dimana epoksi bereaksi dengan *phenol* dan *self-promoted pathway* (R_p) dimana molekul *phenol* tambahan membentuk ikatan hidrogen kompleks dengan setengah bagian epoksi untuk menstabilkan *transition state* (TS). Reaksi tanpa katalis ini dapat dilihat pada Gambar 2.21 (Pham, 2011).

Untuk reaksi dengan menggunakan katalis, *tertiary amine* dapat bertindak dengan dua langkah yang berbeda. Pertama, *tertiary amine* dapat membuka cincin epoksi untuk membentuk *zwitterion* dan *zwitterion* dari epoksi tersebut dapat bereaksi dengan *curing agent phenol*, mirip dengan reaksi tanpa katalis, baik dengan *isolated* maupun *self-promoted pathway*. Peran katalis NR_3 maka dapat digunakan untuk menamai reaksi ini, membedakannya dengan reaksi tanpa katalis. Reaksi dengan katalis ini dapat dideskripsikan sebagai *isolated ring opening by tertiary amine catalyzed pathway* ($\text{R}_{i,\text{ro}}^c$) (Gambar 2.22) dan *self-*



promoted ring opening by tertiary amine catalyzed pathway ($R_{p,ro}^c$) pada Tabel 2.3 (Pham, 2011).

Kedua, *tertiary amine* membentuk ikatan hidrogen kompleks dengan *curing agent phenol* terlebih dahulu, kemudian bereaksi dengan cincin epoksi dengan *pathway* yang mirip dengan reaksi tanpa katalis. Reaksi ini dinamai *isolated hydrogen bonding catalyzed pathway* ($R_{i,hb}^c$) (Gambar 2.23) dan *self-promoted hydrogen bonding catalyzed pathway* ($R_{p,hb}^c$) (Pham, 2011).

Reaksi tanpa katalis, yang belum dapat dikonfirmasi apakah *isolated* (R_i) atau *self-promoted* (R_p), didapati berjalan lambat pada temperatur 200°C dan untuk melanjutkan dengan laju reaksi yang proporsional hanya dapat dilakukan pada temperatur yang lebih tinggi. Reaksi dengan katalis ($R_{i,ro}^c$) pertama kali disarankan oleh Shechter and Wynstra pada tahun 1956 (Pham, 2011).

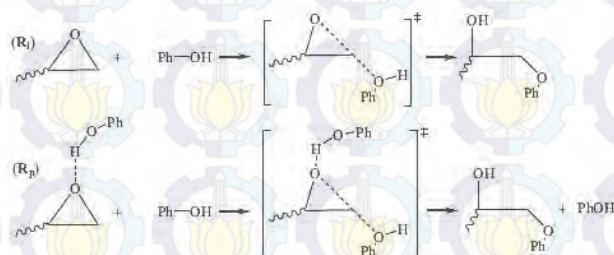
Studi eksperimen Sorokin dan Shode menawarkan *pathway* yang berlangsung via *trimolecular transition state* (Gambar 2.24) dan banyak diaplikasikan untuk menguji pengaruh rasio reaktan serta pengaruh berbagai macam jenis katalis (Pham, 2011).



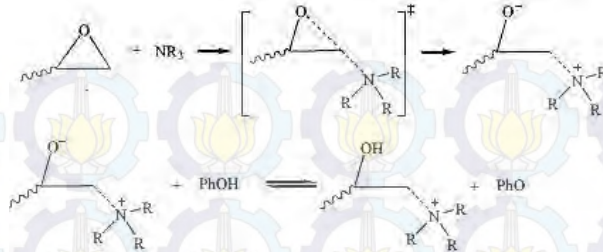
Tabel 2.3

Berbagai macam reaksi *curing* epoksi-*phenol* (Pham, 2011).

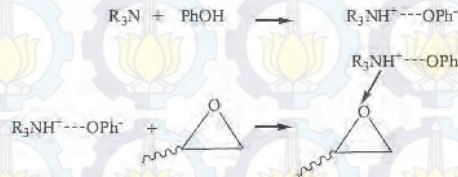
Table 3.1. Possible reactions of epoxy-phenol curing system.	
Uncatalyzed reaction	
Isolated pathway	
(R_i)	$E + \text{PhOH} \longrightarrow [\text{TS}_i]^\ddagger \longrightarrow P_i$
Self-promoted pathway	
(R_p)	$E \dots \text{HOPh} + \text{PhOH} \longrightarrow [\text{TS}_p]^\ddagger \longrightarrow P_p$
Catalyzed reaction	
Isolated ring-opening by tertiary amine catalyzed pathway	
(R_{iso}^c)	$E + \text{NR}_3 \longrightarrow [\text{TS}_{\text{iso}}^{\text{c1}}]^\ddagger \longrightarrow P_{\text{iso}}^{\text{c1}}$
	$P_{\text{iso}}^{\text{c1}} + \text{PhOH} \longrightarrow [\text{TS}_{\text{iso}}^{\text{c2}}]^\ddagger \longrightarrow P_{\text{iso}}^{\text{c2}}$
Self-promoted ring-opening by tertiary amine catalyzed pathway	
$(R_{\text{p,iso}}^c)$	$E \dots \text{HOPh} + \text{NR}_3 \longrightarrow [\text{TS}_{\text{p,iso}}^{\text{c1}}]^\ddagger \longrightarrow P_{\text{p,iso}}^{\text{c1}}$
	$P_{\text{p,iso}}^{\text{c1}} + \text{PhOH} \longrightarrow [\text{TS}_{\text{p,iso}}^{\text{c2}}]^\ddagger \longrightarrow P_{\text{p,iso}}^{\text{c2}}$
Isolated hydrogen bonding catalyzed pathway	
$(R_{\text{iso}}^{\text{c}})$	$\text{PhOH} + \text{NR}_3 \longrightarrow \text{PhOH} \dots \text{NR}_3$
	$E + \text{PhOH} \dots \text{NR}_3 \longrightarrow [\text{TS}_{\text{iso}}^{\text{c}}]^\ddagger \longrightarrow P_{\text{iso}}^{\text{c}}$
Self-promoted hydrogen bonding catalyzed pathway	
$(R_{\text{p,iso}}^{\text{c}})$	$\text{PhOH} + \text{NR}_3 \longrightarrow \text{PhOH} \dots \text{NR}_3$
	$E \dots \text{HOPh} + \text{PhOH} \dots \text{NR}_3 \longrightarrow [\text{TS}_{\text{p,iso}}^{\text{c}}]^\ddagger \longrightarrow P_{\text{p,iso}}^{\text{c}}$



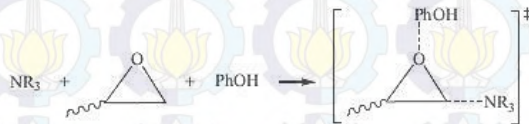
Gambar 2.21 Reaksi *curing* epoksi-*phenol* tanpa katalis (Pham, 2011)



Gambar 2.22 Reaksi *curing* epoksi-phenol dengan katalis ($R^c_{i,ro}$) (Shechter and Wynstra's pathway) (Pham, 2011)



Gambar 2.23 Reaksi dengan katalis via pembentukan ikatan hidrogen kompleks ($R^c_{i,hb}$) (Pham, 2011)



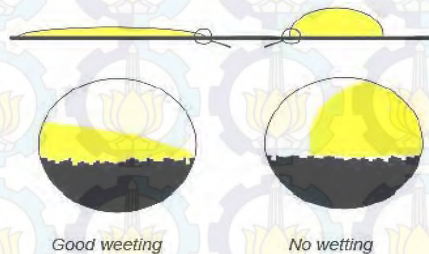
Gambar 2.24 Reaksi dengan katalis via *trimolecular* TS (Pham, 2011)

2. 4. Perekatan / pengeleman

Pengeleman adalah suatu proses kompleks yang menghubungkan penyatuan *adhesive* dengan substrat, reaksi kimia pada proses *curing* dan sifat mekanik dari polimer yang terbentuk. Studi ilmiah menyatakan bahwa ikatan yang kuat terjadi ketika *adhesive* menempel dengan kuat secara mekanis (*anchored*) pada substrat, ketika ada reaksi kimia antara *adhesive* dengan substrat dan ketika ada energi yang didisipasikan (Cognard, 2005).



Kemampuan pengeleman juga dianggap sebagai mekanisme fisik, yaitu adsorpsi. Adsorpsi memerlukan molekul untuk tertarik antara satu dengan yang lain oleh gaya van der Waals. Gaya ini akan menjadi maksimal ketika jarak antar molekul adalah sebesar 3-4 angstrom (satu angstrom [A] sama dengan sepuluh sepersejuta milimeter). Ketika jarak meningkat menjadi lebih dari 5 angstrom, gaya yang terjadi, secara teori, menjadi tak terbatas. Dalam prakteknya, ini berarti bahwa jika memungkinkan untuk menekan kedua permukaan begitu erat hingga mencapai jarak di bawah 5 angstrom, suatu ikatan / perekatan akan terjadi. Namun, permukaan sehalus itu tidaklah ada. Suatu cairan, bagaimanapun, dapat membentuk dirinya sendiri sedemikian rupa pada substrat dan mendekati kehalusan tersebut. Jika cairan kemudian dapat berubah menjadi berbentuk padat, tanpa terjadi penyusutan, sambungan lem pun akan terjadi (Augustsson, 2004).



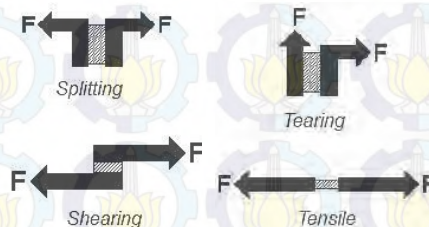
Gambar 2.25 Perbedaan *good wetting* dan *no wetting*
(Augustsson, 2004)

Persyaratan untuk lem yang cukup penting adalah ia harus memiliki tegangan permukaan yang lebih rendah daripada tegangan permukaan substrat. Tegangan permukaan perekat epoksi berada di kisaran 35-45 mN/m. Material yang memiliki tegangan permukaan lebih rendah dari epoksi sulit untuk dilem. Contoh bahan tersebut adalah Teflon, dengan tegangan permukaan 18,5 mN/m, dan polyethene, yang memiliki tegangan permukaan 32 mN/m. Bagaimanapun, kayu, dengan tegangan



permukaan sekitar 200 mN/m, dan logam, yang memiliki tegangan permukaan antara 200 dan 2000 mN/m dapat dengan mudah dilem. Jika tegangan permukaan lem tepat, yaitu lebih rendah daripada tegangan permukaan substrat, dapat dikatakan bahwa lem memiliki kemampuan untuk membasahi substrat. Kemampuan pembasahan/*wetting* ini juga terkait dengan konsistensi lem tersebut (Augustsson, 2004).

Lem yang kini telah dikembangkan memenuhi sejumlah persyaratan, dan teknik pengeleman telah disempurnakan. Lem epoksi modern saat ini menggantikan sistem pengelasan dan rivet pada banyak aplikasi. Untuk dapat memilih lem yang tepat untuk sebuah sambungan, sangat penting untuk melakukan analisis kebutuhan terlebih dahulu. Kemampuan sambungan lem untuk mentransfer gaya tergantung pada bagaimana gaya tersebut dipindahkan. Pada prinsipnya, ada empat jenis keadaan dasar, yaitu, gaya tarik (*tensile force*), gaya geser (*shear force*), gaya sobek (*tearing*) dan gaya pemisah (*splitting*) (Augustsson, 2004).



Gambar 2.26 Macam-macam gaya pada sambungan lem
(Augustsson, 2004)

Temperatur kerja sambungan juga penting untuk diketahui. Semua lem memiliki batasan temperatur. Pada spesifikasi lem, HDT (*Heat Deflection Temperature*) atau T_g dari lem sering kali ditetapkan. Pada HDT, lem akan cepat kehilangan kekuatan. Epoksi yang melalui proses *curing* pada temperatur kamar memiliki HDT antara $+40^\circ$ dan $+70^\circ\text{C}$. Dalam kasus yang jarang, HDT bisa agak lebih tinggi. Lem epoksi yang melalui



proses curing dengan temperatur tinggi dapat menahan temperatur hingga $+250^{\circ}\text{C}$ (Augustsson, 2004).

Selain itu, yang harus disadari adalah perbedaan ekspansi termal antara lem dan permukaan yang dilem. Jika perbedaannya besar, lem harus mampu menahan tegangan yang muncul dengan adanya variasi temperatur. Jika material yang akan direkatkan bersifat menyerap, yaitu dapat menyerap cairan, pemilihan lem harus disertai dengan pertimbangan tertentu. Kayu adalah contoh material yang bersifat menyerap. Lem berviskositas rendah dengan waktu perakitan terbuka yang lama sekali bisa membuat lem menghilang ke dalam kayu, meninggalkan sambungan yang kosong. Jenis filler yang tepat dapat menghilangkan resiko ini. Pada beberapa kasus, perlu untuk menjenuhkan kayu terlebih dahulu dengan lem sebelum pengeleman dilakukan. Sering kali perlu dilakukan *pre-treatment* pada material yang akan dilem. Contoh *pre-treatment* adalah dapat berupa pembersihan, pengamplasan, *sandblasting*, *etching*, *priming* dan *blazing* (Augustsson, 2004).

Dalam hal kondisi pengerasan, dapat dikatakan bahwa lem ditujukan untuk proses *hardening* pada temperatur kamar, yang dapat mengeras pada $+20^{\circ}\text{C}$. Pada temperatur ini, sangat mudah untuk mencapai waktu *hardening* yang wajar, pada saat yang sama juga memiliki *pot life* yang agak panjang. Sebuah proses *post-hardening* pada temperatur tinggi ($50 - 100^{\circ}\text{C}$) sering kali diperlukan. Dinamai demikian karena pada temperatur kamar, polimerisasi hampir linear, yaitu dengan adanya sedikit *cross-linking*. Pada temperatur yang lebih tinggi, reaksi ini dilengkapi dengan beberapa penambahan *cross-linking* dan hasil akhirnya adalah lem yang lebih kuat. Lem yang melalui proses *hardening* pada temperatur tinggi sering kali adalah dari jenis komponen tunggal dengan *pot life* panjang pada temperatur kamar. Lem biasanya dikeraskan pada temperatur antara 150°C dan 180°C . Siklus *hardening* dengan durasi tertentu pada temperatur tertentu sering kali dibutuhkan (Augustsson, 2004).



2. 5. Proses Interaksi antara Adhesive dengan Logam

Bahan *adhesive* harus bisa berfungsi dengan baik pada permukaan substrat, kondisi lingkungan, kondisi substrat dimana ketiga aspek di atas menentukan baik atau tidaknya ikatan antara bahan *adhesive* dan adherennya. Permukaan substrat yang buruk seperti adanya konsentrat, cat, oli, korosi dan sebagainya, harus dihilangkan karena hal tersebut dapat mengurangi kekuatan ikatan pada substrat. Hal tersebut tidak bisa dihilangkan hanya dengan sekedar membersihkan secara fisik, tetapi juga harus dibersihkan secara kimia, misalnya dengan menggunakan larutan kimia. Stabilitas permukaan substrat juga penting baik sebelum terjadi ikatan maupun setelah terjadi ikatan karena stabilitas permukaan dapat mempengaruhi terbentuknya lapisan batas. Lapisan batas yang tidak diinginkan ini bisa terbentuk selama preparasi permukaan dan pengaplikasian bahan *adhesive*. Lapisan batas ini juga bisa terbentuk setelah bahan *adhesive* diaplikasikan dan setelah mengalami proses *curing*. Lapisan ini dapat mempengaruhi kekuatan sambungan bahkan dapat menyebabkan kegagalan pada sambungan jika terbentuk di awal. Pada permukaan logam, seperti baja atau aluminium paduan, terdapat beberapa daerah / lapisan yang tidak memiliki batas yang jelas, seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.23, dimana terdapat berbagai daerah-daerah yang memiliki konsentrat dan kotoran yang dapat menempel pada permukaan logam. Sehingga memang perlu adanya preparasi permukaan agar dapat menciptakan kekuatan adhesi yang baik (Petrie, 2005).



Gambar 2.27 Lapisan permukaan substrat logam (Petrie, 2005)



Properti *adhesive* epoksi yang sangat baik dapat berubah karena faktor lingkungan yang sering kali bertindak sebagai *degrading agent*. Contoh khususnya antara lain adalah kondisi lembab dimana pada kondisi kerja nyata memiliki pengaruh yang merusak epoksi, sehingga memicu terjadinya perubahan properti epoksi sebagai konsekuensi dari perubahan secara fisik atau kimia (Lettieri, et al., 2012). *Adhesive* epoksi yang terekspos lingkungan basah cenderung menyerap air karena epoksi memiliki gugus polar yang menarik molekul air. Di dalam matriks epoksi, molekul air berikatan kuat dengan gugus fungsi hidrofilik (-OH), seperti *phenol* pada campuran epoksi. Molekul air berinteraksi dengan molekul epoksi dengan cara membentuk ikatan hidrogen dengan gugus hidroksil (Chow, 2007). Ketika air telah berada di dalam epoksi, air dapat mengubah properti polimer baik secara reversibel, melalui proses *plasticization*, maupun secara nonreversibel, melalui proses hidrolisis ketika terdapat retakan (Lettieri, et al., 2012). Selama jumlah air di bawah atau sama dengan volume bebas polimer, air tidak akan memengaruhi baik pada polimer maupun pada ikatannya. Ketika volume bebas pada material telah terisi, penyerapan air selanjutnya akan memutus ikatan hidrogen dan menyebabkan pembengkakan (Cognard, 2005). Maka dari itu, untuk mendapatkan epoksi dengan performa properti yang tinggi, sangat penting untuk epoksi memiliki laju penyerapan air yang rendah (Ren, et al., 2007).

2. 6. Baja ASTM A36

Baja ASTM A36 merupakan baja yang diaplikasikan secara umum untuk struktur, termasuk jembatan dan bangunan. Berikut adalah spesifikasi baja ASTM A36 (ASTM International, 2001).



Tabel 2.4

Komposisi kimia baja ASTM A36 (ASTM, 2001)

Product Thickness, in. (mm)	Shapes ^a All	Plates ^b					Bars				
			Over 3/4 to 1 1/2 (20 to 40), incl	Over 1 1/2 to 2 1/2 (40 to 65), incl	Over 2 1/2 to 4 (65 to 100), incl	Over 4 (100)		Over 3/4 to 1 1/2 (20 to 40), incl	Over 1 1/2 to 2 1/2 (40 to 65), incl	Over 4 (100)	
		To 3/4 (20), incl	To 1 1/2 (40), incl	To 2 1/2 (65), incl	To 4 (100), incl	To 3/4 (20), incl	To 1 1/2 (40), incl	To 2 1/2 (65), incl	To 4 (100), incl		
Carbon, max, %	0.26	0.25	0.25	0.26	0.27	0.26	0.27	0.28	0.29		
Manganese, %	0.80-1.20	0.80-1.20	0.85-1.20	0.85-1.20	...	0.60-0.90	0.60-0.90		
Phosphorus, max, %	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04	0.04		
Sulfur, max, %	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05		
Silicon, %	0.40 max	0.40 max	0.40 max	0.15-0.40	0.15-0.40	0.40 max	0.40 max	0.40 max	0.40 max		
Copper, min, % when copper steel is specified	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20		

Tabel 2.5

Properti *tensile* baja ASTM A36 (ASTM, 2001)

Plates, Shapes, ^B and Bars:	
Tensile strength, ksi [MPa]	58-80 [400-550]
Yield point, min, ksi [MPa]	36 [250] ^C
Plates and Bars ^{D,E} :	
Elongation in 8 in. [200 mm], min, %	20
Elongation in 2 in. [50 mm], min, %	23
Shapes:	
Elongation in 8 in. [200 mm], min, %	20
Elongation in 2 in. [50 mm], min, %	21 ^B

2. 7. Data Penelitian Sebelumnya

Penelitian yang telah dilakukan sebelumnya menggunakan campuran epoksi DGEBA sebanyak 80% dengan *curing agent polyaminoamide* (PAA) sebanyak 20% (Liemawan, 2014), (Ramaputra, 2014). Data properti yang didapat adalah sebagai berikut :

Tabel 2.6

Properti dari epoksi DGEBA (80%) dan PAA (20%) (Liemawan, 2014), (Ramaputra, 2014)

Properti	Nilai
Kekuatan Tarik (MPa)	0,01
Elongasi (%)	12,78
Modulus Young (GPa)	0,0001
Kekuatan Adhesive (MPa)	7,83
T _{5%} (°C)	351,33
T _{10%} (°C)	361,50
Residu (%berat)	6,16

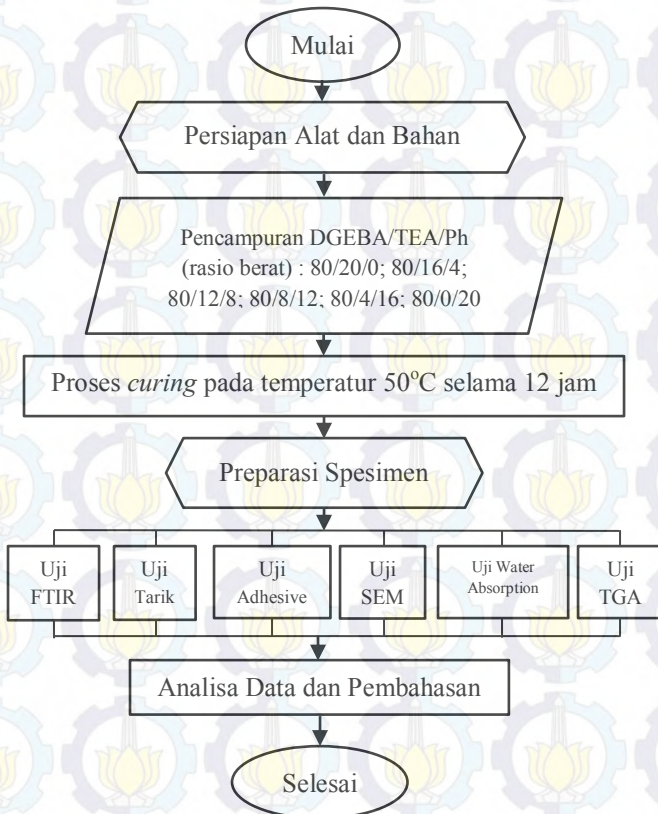


(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB III METODOLOGI

3.1. Diagram Alir Penelitian

Penelitian dimulai dengan menyiapkan resin epoksi jenis DGEBA, *curing agent* berjenis *phenol* (Ph) dan *triethylamine* (TEA). Rasio DGEBA/TEA/Ph yang digunakan adalah 80/20/0, 80/16,4, 80/12/8, 80/8/12, 80/4/16 dan 80/0/20.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian



3. 2. Alat dan Bahan Penelitian

3. 2. 1. Bahan Penelitian

Resin epoksi DGEBA

Resin epoksi yang digunakan sebagai matriks berjenis *diglycidyl ether bisphenol-A* (DGEBA) bermerek Eposchon dan didistribusikan oleh PT. Justus Kimiaraya. Resin epoksi DGEBA berwarna bening / transparan, berwujud kental / memiliki viskositas medium dan tidak berbau.



Gambar 3.2 Resin epoksi DGEBA

Phenol crystal

Phenol (C_6H_5OH) yang digunakan sebagai *curing agent* memiliki MW sebesar 94,11, kadar > 99,5% dan pH 4,8 – 6,0 (5% dalam air). *Phenol* didapat dari PT. Sumber Utama Kimiamurni dalam bentuk kristal transparan.



Gambar 3.3 *Phenol crystal*

Triethylamine

Triethylamine ($C_6H_{15}N$) yang digunakan sebagai *curing agent* bermerek Merck dengan MW sebesar 101,19 gram/mol dan didapat dari PT. Sumber Utama Kimiamurni dalam bentuk liquid berwarna bening / transparan dan berbau amonia.



Gambar 3.4 *Triethylamine*

Asam Sulfat

Asam sulfat (H_2SO_4) yang digunakan untuk pengujian *chemical resistance* bermerek SAP Chemicals dengan MW sebesar 98,08 dan memiliki kemurnian $>98\%$.



Gambar 3.5 Asam sulfat

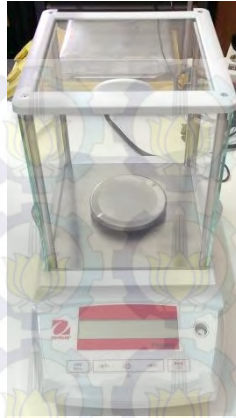
3. 2. 2. Alat Penelitian

Timbangan Digital

Timbangan digital yang digunakan bermerek CAMRY tipe EHA401 dengan kapasitas 200 gram dan bermerek Ohaus tipe PA214 berkapasitas 210 gram dengan ketelitian 0,0001 gram. Timbangan digital digunakan untuk mengukur berat masing-masing bahan yang digunakan dan mengukur perubahan berat pada pengujian *water absorption*.



Gambar 3.6 Timbangan digital



Gambar 3.7 Timbangan digital

Electric Oven

Electric oven yang digunakan bermerek Maspion tipe MOT-600 yang telah dimodifikasi dengan *controller* temperatur digital sehingga temperatur dapat diatur sesuai dengan yang diinginkan dengan toleransi kesalahan 10%.



Gambar 3.8 *Electric oven*

Magnetic Stirrer

Magnetic Stirrer yang digunakan bertipe 79HW-1 Constant Temperature Magnetism Mixer dan digunakan



untuk melakukan agitasi pada campuran bahan-bahan yang digunakan hingga menjadi homogen.



Gambar 3.9 *Magnetic stirrer*

Pipet

Pipet yang digunakan berbahan kaca dengan karet pada ujungnya dan digunakan untuk mengambil bahan yang berwujud cairan.



Gambar 3.10 Pipet

Wadah Aluminium

Wadah yang digunakan untuk mencampur bahan-bahan yang digunakan, terbuat dari aluminium dengan metode seamless (tanpa sambungan) sehingga tahan panas dan bebas dari kebocoran.



Gambar 3.11 Wadah aluminium

Cetakan Spesimen Uji Tarik

Dimensi cetakan dibuat berdasarkan standar ASTM D 638 M. Material yang digunakan untuk cetakan berupa kuningan, sedangkan alas cetakan dibuat dari aluminium. Cetakan dan alas disatukan dengan menggunakan baut.



Gambar 3.12 Cetakan spesimen uji tarik

Mesin Uji FTIR

Mesin Uji *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) yang digunakan bermerek Thermo Scientific, tipe Smart Orbit Nicolet iS10 dengan diamond tip dan berlokasi di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTI, ITS. Mesin FTIR digunakan untuk mengetahui ikatan kimia dan gugus fungsi yang ada dalam suatu sampel.



Gambar 3.13 Mesin FTIR

Mesin Uji Tarik

Mesin Uji Tarik yang digunakan bermerek GOTECH, tipe GT-7001-LC30, berkapasitas 30.000 Kg dan berlokasi di Balai Latihan Kerja Industri (BLKI) - Surabaya. Mesin Uji Tarik digunakan untuk mengetahui berbagai macam sifat mekanik sampel, seperti kekuatan tarik, elongasi, modulus Young, ketangguhan.



Gambar 3.14 Mesin uji tarik



Mesin Uji SEM

Mesin Uji *Scanning Electron Microscope* (SEM) yang digunakan bermerek FEI, tipe Inspect S50, bertegangan 15 kV dan berlokasi di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTI, ITS. Mesin Uji SEM digunakan untuk menganalisis morfologi dan ukuran partikel sampel.



Gambar 3.15 Mesin SEM

Mesin *Sputter Coater*

Mesin *sputter coater* yang digunakan bermerek Quorum, tipe SC7620 dan berlokasi di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTI, ITS. Mesin *sputter coater* digunakan untuk melapisi spesimen yang akan diuji pada mesin SEM dengan *palladium* yang bersifat konduktif.

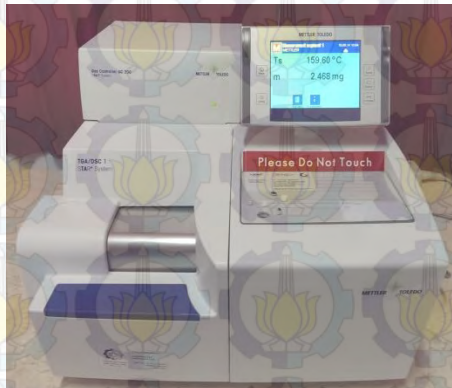


Gambar 3.16 Mesin *sputter coater*



Mesin Uji TGA

Mesin Uji *Thermogravimetric Analysis* (TGA) yang digunakan bermerek Mettler Toledo, tipe TGA/DSC 1 dan berlokasi di Laboratorium Energi, LPPM-ITS. Mesin TGA digunakan untuk mengukur perubahan berat yang terjadi yang disebabkan oleh perubahan temperatur.



Gambar 3.17 Mesin TGA

3. 3. Variabel Penelitian

Variabel bebas pada penelitian ini adalah komposisi *phenol*, yaitu dengan persentase 0%, 4%, 8%, 12%, 16% dan 20%.

3. 4. Pelaksanaan Penelitian

Penelitian dimulai dengan menyiapkan resin epoksi *diglycidyl ether bisphenol-A* (DGEBA) sebagai matriks dan *phenol* (Ph) serta *triethylamine* (TEA) sebagai *curing agent*. Rasio DGEBA/TEA/Ph yang digunakan adalah 80/20/0, 80/16/4, 80/12/8, 80/8/12, 80/4/16 dan 80/0/20. Ph ditambahkan dengan berbagai variasi persentase berat untuk mengetahui pengaruhnya pada proses *curing* epoksi.

Proses pencampuran adalah sebagai berikut. Pertama, epoksi DGEBA (80%) dicampurkan dengan Ph (0%, 4%, 8%,



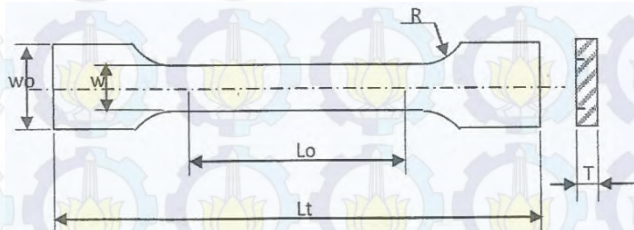
12%, 16% dan 20%) pada wadah aluminium. Kedua, TEA dicampurkan pada DGEBA-Ph hingga persentase komposisi mencapai 100%. Campuran kemudian diagitasi dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit hingga campuran menjadi homogen.

Tabel 3.1

Rencana pelaksanaan penelitian

No	Kode Sampel	DGEBA (% Berat)	TEA (% Berat)	Ph (% Berat)	Hasil
1	DGEBA/TEA(20)/Ph(0)	80	20	0	
2	DGEBA/TEA(16)/Ph(4)	80	16	4	
3	DGEBA/TEA(12)/Ph(8)	80	12	8	
4	DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	80	8	12	
5	DGEBA/TEA(4)/Ph(16)	80	4	16	
6	DGEBA/TEA(0)/Ph(20)	80	0	20	

Tahap selanjutnya adalah proses preparasi spesimen. Pertama, dilakukan proses preparasi spesimen untuk pengujian tarik. Bentuk dan dimensi spesimen pengujian tarik mengacu pada standar ASTM D 638M. Pengujian ini mencakup penentuan kekuatan tarik dari plastik *reinforced* dan *unreinforced* dalam bentuk spesimen uji *dumbbel* standar, diuji dalam kondisi uji *pretreatment*, temperatur, kelembapan dan kecepatan mesin uji yang ditentukan.



Gambar 3.18 Standar pengujian tarik ASTM D 638M



Dimensi spesimen :

$w_o = 20 \text{ mm}$

$L_o = 60 \text{ mm}$

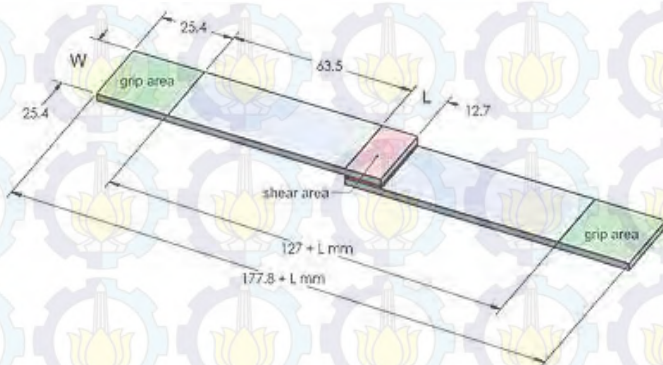
$w = 10 \text{ mm}$

$L_t = 150 \text{ mm}$

$R = 60 \text{ mm}$

$T = 8 \text{ mm}$

Kedua, dilakukan proses preparasi spesimen untuk pengujian *adhesive*. Bentuk dan dimensi spesimen pengujian *adhesive* mengacu pada standar ASTM D 1002 - 01. ASTM D 1002 - 01 menentukan kekuatan geser (*shear strength*) *adhesive* untuk logam yang telah direkatkan ketika diuji dengan spesimen *single-lap-joint*. Pengujian ini diterapkan untuk menentukan kekuatan *adhesive*, parameter preparasi permukaan dan daya tahan *adhesive* terhadap lingkungan.



Gambar 3.19 Standar pengujian *adhesive* ASTM D 1002

Spesimen untuk pengujian FTIR, SEM, *water absorption* dan TGA tidak memerlukan bentuk yang khusus sehingga campuran dicetak ke dalam crucible aluminium biasa.

Langkah selanjutnya adalah memanaskan spesimen-spesimen yang telah disiapkan dengan menggunakan *electric oven*. Berdasarkan studi awal, temperatur *curing* optimum adalah pada temperatur 50°C dengan waktu tahan selama 12 jam agar mencapai kondisi *fully cured*. Temperatur yang lebih rendah akan



membuat proses *curing* berjalan lebih lambat atau tidak terjadi *curing*, sedangkan temperatur yang lebih tinggi akan memunculkan fenomena *bubbling*, yaitu timbulnya gelembung-gelembung udara pada seluruh bagian spesimen.

3. 5. Pengujian *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Pengujian FTIR menggunakan mesin bermerek Thermo Scientific, tipe Smart Orbit Nicolet iS10 dengan diamond tip dan berlokasi di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTI, ITS. Pengujian dilakukan sebanyak tiga kali untuk masing-masing variasi komposisi. FTIR adalah alat uji yang digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari suatu sampel. Pada penelitian ini, pengujian FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari epoksi sebelum dan sesudah diberi penambahan *curing agent phenol*. Spektroskopi FTIR adalah teknik pengukuran untuk mengumpulkan spektrum inframerah. Energi yang diserap sampel pada berbagai frekuensi sinar inframerah direkam, kemudian diteruskan ke interferometer. Sinar pengukuran sampel diubah menjadi interferogram. Perhitungan secara matematika Fourier Transformation untuk sinyal tersebut akan menghasilkan spektrum yang identik pada spektroskopi inframerah.

Karena setiap tipe ikatan memiliki sifat frekuensi yang berbeda, dan karena tipe ikatan yang sama dalam dua senyawa berbeda terletak dalam lingkungan yang sedikit berbeda, maka tidak ada dua molekul yang berbeda bentuknya akan mempunyai serapan inframerah yang sama. Dengan membandingkan serapan dari dua senyawa yang diperkirakan identik, baru dapat diperoleh kesimpulan apakah senyawa itu identik atau tidak. Pelacakan ini biasa disebut / dikenal dengan bentuk sidik jari dari dua spektrum inframerah.

3. 6. Pengujian Tarik

Pengujian tarik menggunakan mesin uji tarik bermerek GOTECH, tipe GT-7001-LC30, berkapasitas 30.000 Kg dan



berlokasi di Balai Latihan Kerja Industri (BLKI) - Surabaya. Pengujian dilakukan sebanyak tiga kali untuk masing-masing variasi komposisi. Pelaksanaan pengujian yang dilakukan mengacu pada standar ASTM D 638 M. Pengujian ini mencakup penentuan kekuatan tarik dari plastik *reinforced* dan *unreinforced* dalam bentuk spesimen uji *dumbbel* standar, diuji dalam kondisi uji pretreatment, temperatur, kelembapan dan kecepatan mesin uji yang ditentukan. Kekuatan tarik adalah kemampuan material untuk menerima beban atau tegangan tanpa menyebabkan material menjadi rusak atau putus. Kekuatan tarik suatu material dapat dilihat dari tegangan maksimum yang dapat diterima sebelum material itu patah. Tegangan maksimum ini dikenal dengan istilah *ultimate tensile strength* (UTS). Dari pengujian tarik ini juga dapat diketahui properti lainnya, seperti elongasi dan modulus elastisitas / modulus Young.

Hasil dari pengujian tarik adalah kurva tegangan-regangan (*stress-strain*), yang dapat diubah menjadi :

$$\text{Kekuatan tarik : } \sigma_{ultimate} = \frac{P_{ultimate}}{A}$$

$$\text{Elongasi : } \varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$$

$$\text{Modulus elastisitas : } E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \text{ (pada daerah elastis)}$$

dimana : $P_{ultimate}$ = beban maksimum yang diberikan pada spesimen

A = luas penampang spesimen

ΔL = pertambahan panjang

L_0 = panjang awal spesimen

3. 7. Pengujian Adhesive

Pengujian *adhesive* yang dilakukan pada penelitian ini adalah pengujian *single-lap shear* atau biasa disebut dengan *tensile-shear test*. Pengujian *adhesive* menggunakan mesin uji tarik bermerek GOTECH, tipe GT-7001-LC30, berkapasitas



30.000 kg dan berlokasi di Balai Latihan Kerja Industri (BLKI) - Surabaya. Metode pengujian *single-lap shear* mengacu pada standar ASTM D 1002 - 01. Pengujian ini bertujuan untuk mengukur kekuatan geser dari bahan *adhesive*. Pengujian dilakukan sebanyak tiga kali untuk masing-masing variasi komposisi. Kekuatan geser adalah tegangan yang menyebabkan komponen rusak / patah akibat beban geser. Pengujian ini merupakan pengujian bahan *adhesive* yang paling umum karena spesimen pada pengujian ini mudah untuk dipersiapkan dengan sederhana, serta relatif murah.

3. 8. Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Pengujian menggunakan mesin SEM bermerek FEI, tipe Inspect S50 dengan tegangan 15kV dan berlokasi di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTI, ITS. Pengujian dilakukan sebanyak tiga kali untuk masing-masing variasi komposisi. SEM adalah jenis mikroskop elektron yang menampilkan gambar permukaan sampel dengan memindai sinar elektron berenergi tinggi dengan pola raster scan. Elektron berinteraksi dengan atom-atom menghasilkan sinyal yang berisi informasi tentang topografi permukaan sampel, komposisi dan sifat-sifat lain seperti konduktivitas listrik. SEM dapat menghasilkan gambar dengan resolusi yang sangat tinggi dengan ketelitian ukuran hingga 1-5 nm. Mikrograf SEM menghasilkan karakteristik tampilan tiga dimensi yang berguna untuk memahami struktur permukaan sampel.

Langkah-langkah dalam pengujian ini adalah :

1. Preparasi spesimen
Preparasi spesimen meliputi pemotongan spesimen dan penempelan spesimen pada *holder* dengan menggunakan *carbon tape*. Dimensi spesimen disesuaikan dengan *holder* alat uji SEM yang tersedia, dengan ketinggian 2 mm dan lebar 3 mm.



2. *Coating*

Coating / pelapisan menggunakan material *gold-palladium* (80% Au dan 20% Pd) dengan menggunakan mesin *sputter coater* bermerek Quorum, tipe SC7620 dan berlokasi di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTI, ITS dengan setting sebagai berikut :

Tegangan : 1,2 kV
Arus : 6-7.5 mA
Tekanan : 0,2 Torr
Waktu : 1 jam

Pengujian SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi dari epoksi. Dengan menggunakan perbesaran tertentu, dapat diketahui bentuk dan ukuran mikrostruktur epoksi, juga bentuk dan ukuran rongga-rongga yang mungkin ada dalam epoksi.

3. 9. *Pengujian Water Absorption*

Pelaksanaan pengujian yang dilakukan mengacu pada standar ASTM D 570 - 98. Pengujian ini mencakup penentuan laju relatif penyerapan air oleh plastik ketika dicelupkan dalam air. Metode pengujian ini ditujukan untuk berbagai jenis plastik, termasuk produk resin cor, *hot-molded* dan *cold-molded*. Metode pengujian laju penyerapan air memiliki dua fungsi utama : pertama, untuk mengetahui proporsi air yang diserap oleh material sehingga dapat menentukan pengaruh hubungan antara kelembaban dan properti mekanik lainnya, untuk mengetahui perbedaan dimensi atau tampilan dan untuk mengetahui efek *interface* terhadap air atau keadaan lembab pada properti tertentu; dan kedua, sebagai kontrol terhadap *uniformity* dari suatu produk. Fungsi kedua ini diaplikasikan secara khusus pada plat, balok dan tube. Pengujian dilakukan pada produk jadi.

3. 10. *Pengujian Thermogravimetry Analysis (TGA)*

Pengujian TGA menggunakan mesin bermerek Mettler Toledo, tipe TGA/DSC 1 dan berlokasi di Laboratorium Energi, LPPM-ITS. Pengujian dilakukan sebanyak satu kali untuk



masing-masing variasi komposisi. Pengujian TGA dilakukan untuk mengetahui perubahan berat material (*weight loss*) terhadap pengaruh perubahan panas yang berkaitan dengan perubahan temperatur pemanasan. Pelaksanaan pengujian thermal ini dilakukan dengan pemanasan sampel dalam *crucible* aluminium. Hasil pengujian berupa grafik hubungan antara temperatur-waktu-*weight loss*. TGA dikenal sebagai metode dengan resolusi tinggi, sehingga sering digunakan untuk memperoleh akurasi yang lebih besar pada daerah puncak kurva. Dengan metode ini, kenaikan temperatur diperlambat agar didapat temperatur yang tepat dimana puncak grafik berada sehingga hasilnya lebih akurat.

Preparasi sampel untuk pengujian TGA adalah sebagai berikut :

1. Sampel dalam bentuk padatan.
2. Berat sampel maksimal adalah 20 mg.
3. Pan uji dibiarkan terbuka.
4. Setiap sampel dengan metode baru perlu dibuat blank.

3. 11. Rancangan Penelitian

Penelitian ini dimulai dengan proses pencampuran antara resin epoksi DGEBA, *phenol* (Ph) dan *triethylamine* (TEA). Dari hasil percobaan-percobaan awal yang telah dilakukan sebelumnya, didapati bahwa komposisi epoksi DGEBA yang optimum adalah sebanyak 80% dari total komposisi sampel.

Penelitian kemudian dilanjutkan dengan memvariasikan komposisi *curing agent* untuk mengetahui pengaruhnya pada proses *curing* epoksi. Variasi persentase komposisi *phenol* yang digunakan pada *curing agent* adalah sebesar 0%, 4%, 8%, 12%, 16% dan 20%. *Range* ini dipilih juga berdasarkan hasil percobaan-percobaan awal yang telah dilakukan sebelumnya. Proses selanjutnya adalah pengujian properties dari spesimen-spesimen yang telah dibuat. Pengujian yang dilakukan adalah uji FTIR, uji tarik, uji *adhesive*, uji SEM, uji *water absorption* dan uji TGA. Tabel 3.2 menunjukkan rancangan penelitian ini.



Tabel 3.2
Rancangan penelitian pada variasi komposisi *phenol*

Material (% berat)					Pengujian				
Epoksi	TEA	Phenol	Kode Sampel	Uji FTIR	Uji Tarik (MPa)	Uji Adhesive (MPa)	Uji SEM	Uji Water Absorption	Uji TGA
80	20	0	DGEBA/TEA(20)/Ph(0)	-	✓	✓	✓	✓	✓
	16	4	DGEBA/TEA(16)/Ph(4)	-	✓	✓	-	✓	✓
	12	8	DGEBA/TEA(12)/Ph(8)	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	8	12	DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	-	✓	✓	✓	✓	✓
	4	16	DGEBA/TEA(4)/Ph(16)	-	-	✓	-	✓	✓
	0	20	DGEBA/TEA(0)/Ph(20)	-	-	-	-	-	-

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1. Preparasi Epoksi DGEBA dengan Curing Agent Phenol dan Triethylamine

Epoksi/*tertiary amine/phenol* (*diglycidyl ether of bisphenol-A/triethylamine/phenol*, DGEBA/TEA/Ph) dipreparasi dengan mereaksikan resin epoksi DGEBA, *triethylamine* dan *phenol* berdasarkan rasio berat. *Triethylamine* dan *phenol* berfungsi sebagai *curing agent*. Rasio DGEBA/TEA/Ph yang digunakan adalah 80/20/0, 80/16,4, 80/12/8, 80/8/12, 80/4/16 dan 80/0/20.

Preparasi DGEBA/TEA/Ph dilakukan dengan metode *solution mixing*. TEA dan Ph ditambahkan ke resin DGEBA dalam wadah aluminium yang diaduk secara kontinu dengan *magnetic stirrer* pada temperatur ruangan selama 10 menit. Produk hasil reaksi berupa cairan encer tak berwarna.

Larutan DGEBA/TEA/Ph dituang ke dalam cetakan aluminium dan dioles pada baja A36. DGEBA/TEA/Ph dicuring pada temperatur 50°C selama 12 jam dalam oven elektrik.

Tabel 4.1

Hasil proses curing epoksi

No	Kode Sampel	Hasil	Tampilan Fisik
1	DGEBA/TEA(20)/Ph(0)	Cured	Solid, Putih - kekuningan
2	DGEBA/TEA(16)/Ph(4)	Cured	Solid, Putih - kekuningan
3	DGEBA/TEA(12)/Ph(8)	Cured	Solid, Bening - kekuningan
4	DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	Cured	Solid, Bening - kekuningan
5	DGEBA/TEA(4)/Ph(16)	Cured	Solid, Bening - kekuningan
6	DGEBA/TEA(0)/Ph(20)	Uncured	-



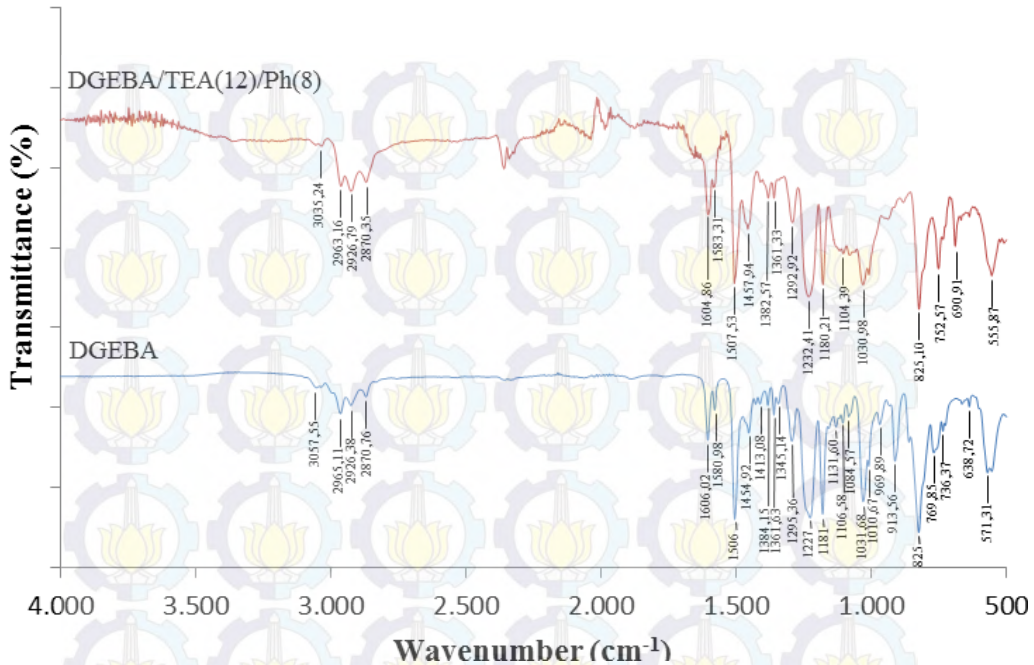
Hasil *curing* berbentuk material padat berwarna putih kekuningan dan bening kekuningan. Pada temperatur *curing* yang lebih rendah, proses *curing* berjalan lambat, sedangkan pada temperatur *curing* yang lebih tinggi terjadi fenomena *bubble* yang memunculkan banyak *void*.

4. 2. Analisis Pengujian FTIR

Pengujian FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) dilakukan untuk mempelajari ikatan kimia DGEBA murni dan DGEBA/TEA/Ph. FTIR menghasilkan data spektrum inframerah sebagai bukti adanya interaksi intermolekular antara dua komponen polimer dalam suatu campuran (Moskala, et al., 1985). Gambar 4.1 menunjukkan spektrum FTIR DGEBA dan DGEBA/TEA(12)/Ph(8).

Dua karakteristik *oxyrane ring* pada epoksi DGEBA dapat diamati pada *wavenumber* antara 4000 cm^{-1} - 400 cm^{-1} . Pertama, pada *wavenumber* 915 cm^{-1} , dapat dikaitkan dengan rantai C-O pada gugus *oxyrane*. Kedua, pada *wavenumber* sekitar 3050 cm^{-1} , dapat dikaitkan dengan rantai C-H pada gugus fungsi *oxyrane* pada ring epoksi (Gonzales, et al., 2012). Reaksi *curing* DGEBA dikenal dapat dilakukan dengan pengaruh gugus -OH, seperti *phenol* yang dipakai pada penelitian ini (Huang, et al., 2002).

Perbedaan utama antara struktur kimia DGEBA murni dengan DGEBA/TEA(12)/Ph(8) adalah hilangnya rantai eter yang ditandai hilangnya ikatan C-O-C pada *wavenumber* 1131, serta hilangnya rantai *oxyrane* yang ditandai dengan hilangnya ikatan C-O pada *wavenumber* 913 pada DGEBA/TEA(12)/Ph(8) (Cholake, et al., 2014), (Gonzales, et al., 2012), (Tomasi, 2014). Ini menandakan terjadinya reaksi antara DGEBA dengan Ph dan TEA karena rantai *oxyrane* dari gugus epoksi yang bersifat sangat reaktif telah terbuka sehingga memungkinkan terjadinya reaksi kimia (Cholake, et al., 2014), (Gonzales, et al., 2012). Hilangnya *wavenumber* 913 cm^{-1} menandakan bahwa gugus *oxyrane* epoksi DGEBA telah hilang (Huang, et al., 2002).



Gambar 4.1 Spektrum FTIR DGEBA dan DGEBA/TEA(12)/Ph(8)

Pergeseran *peak* terjadi pada *wavenumber* 3057 pada DGEBA ke 3035 pada DGEBA/TEA(12)/Ph(8), pada *wavenumber* 769 pada DGEBA ke 752 pada DGEBA/TEA(12)/Ph(8), pada *wavenumber* 736 pada DGEBA ke 690 pada DGEBA/TEA(12)/Ph(8), serta pada *wavenumber* 571 pada DGEBA ke 555 pada DGEBA/TEA(12)/Ph(8). *Peak* pada *wavenumber* 1606-1604 cm⁻¹ disebabkan oleh *stretching* C=C aromatik dari ring *benzene*, sedangkan *peak* pada *wavenumber* 1507-1506 cm⁻¹ disebabkan oleh *stretching* C-C aromatik dari ring *benzene* (Liu, et al., 2014). *Peak* karakteristik pada *wavenumber* 752 cm⁻¹ sesuai dengan ikatan C-H pada ring



benzene (Zhang, et al., 2012). Munculnya *peak* pendek pada *wavenumber* sekitar 3500 cm^{-1} dan pada *wavenumber* sekitar 1220 cm^{-1} pada DGEBA/TEA(12)/Ph(8) menunjukkan adanya O-H *stretch* yang timbul akibat penambahan *curing agent* Ph (Jiang, et al., 2012). *Stretching* C-N pada *wavenumber* antara 1020 cm^{-1} dan 1250 cm^{-1} membuktikan keberadaan TEA.

Tabel 4.2

Daerah serapan DGEBA (Gonzales, et al., 2012), (Tomasi, 2014), (Cholake, et al., 2014)

Wavenumber (cm^{-1})	Ikatan	Gugus Fungsi
3057	C-H Stretch	Oxyrane Ring
2965-2870	C-H Stretch	Aliphatic, Aromatic
1606	C=C Stretch (in-ring)	Aromatic
1506	C-C Stretch (in-ring)	Aromatic
1181	C-O Stretch	Aromatic
1131-1031	C-O-C Stretch	Ether
913	C-O Stretch	Oxyrane
769	C-H Rock	Benzene

Tabel 4.3

Daerah serapan DGEBA/TEA(12)/Ph(8) (Gonzales, et al., 2012), (Tomasi, 2014), (Cholake, et al., 2014)

Wavenumber (cm^{-1})	Ikatan	Gugus Fungsi
3035	C-H Stretch	Oxyrane Ring
2963-2870	C-H Stretch	Aliphatic, Aromatic
1604	C=C Stretch (in-ring)	Aromatic
1507	C-C Stretch (in-ring)	Aromatic
1232	C-O Stretch	Phenol
1232-1030	C-N Stretch	Aliphatic Amine
1180	C-O Stretch	Aromatic
1030	C-O-C Stretch	Ether
752	C-H Rock	Benzene



4.3. Analisis Pengujian Tarik

Pengujian tarik dilakukan untuk mempelajari kekuatan maksimum, elongasi, modulus elastisitas / modulus Young dan ketangguhan pada DGEBA/TEA/Ph. Spesimen DGEBA/TEA(4)/Ph(16) tidak dapat dibuat karena sifatnya yang sangat getas, sehingga spesimen pecah ketika dikeluarkan dari cetakan spesimen.



Gambar 4.2 Spesimen uji tarik sebelum pengujian



Gambar 4.3 Spesimen uji tarik setelah pengujian



Epoksi DGEBA yang mengalami proses *curing* dengan *phenol* menghasilkan peningkatan pada kekuatan tarik (Su, et al., 1999). Hasil pengujian tarik pada Tabel 4.4 menunjukkan bahwa semakin tinggi rasio berat *phenol* dalam komposisi *curing agent* semakin meningkatkan kekuatan tarik epoksi hingga mencapai titik maksimum pada DGEBA/TEA(12)/Ph(8).

Kekuatan tarik maksimum diperoleh pada DGEBA/TEA(12)/Ph(8), yaitu sebesar 70,71 MPa, sedangkan elongasi maksimum juga diperoleh pada komposisi yang sama, yaitu sebesar 4,07%. Tingginya nilai elongasi menunjukkan bahwa material memiliki properti impak yang tinggi (Nair, 2004). Kekuatan tarik dan elongasi pada campuran epoksi DGEBA dengan *curing agent* berbasis *phenol* didapati lebih tinggi daripada dengan *curing agent* berbasis *amine* dikarenakan adanya rantai *alkyl* yang lebih panjang (Huang, et al., 2012).

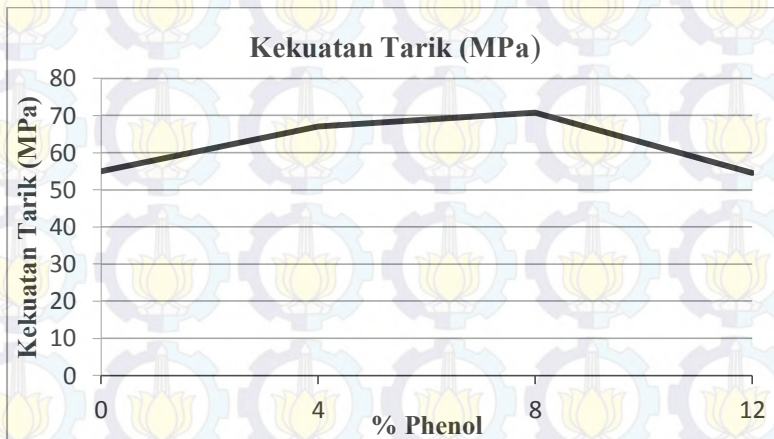
Kekuatan dan elongasi menurun ketika rasio berat *phenol* di bawah dan di atas 8%. Kekuatan minimum diperoleh dari spesimen DGEBA/TEA(8)/Ph(12), sebesar 54,53 MPa, sedangkan elongasi minimum juga diperoleh dari spesimen yang sama, sebesar 1,01%. Modulus Young maksimum diperoleh dari spesimen DGEBA/TEA(8)/Ph(12), sebesar 5399,01 MPa, sedangkan modulus Young minimum diperoleh dari spesimen DGEBA/TEA(12)/Ph(8), sebesar 1737,35 MPa.

Spesimen DGEBA/TEA(12)/Ph(8) memiliki ketangguhan yang baik karena memiliki kombinasi antara kekuatan untuk menahan deformasi plastis dan elongasi untuk menahan regangan sebelum material gagal. Penambahan *phenol* membuat ketangguhan epoksi menjadi sangat bagus, bahkan jika dibandingkan dengan epoksi yang ditambahkan material tertentu (misalnya CTBN - *carboxyl-terminated butadiene-acrylonitrile*) untuk mempertangguh properti epoksi tersebut (Nair, 2004). Penambahan *phenol* juga berpengaruh pada properti *fracture toughness*, dalam hal *plain-strain stress intensity factor* (K_{IC}) menunjukkan adanya peningkatan pada ketahanan terhadap perambatan retak (Nair, 2004).



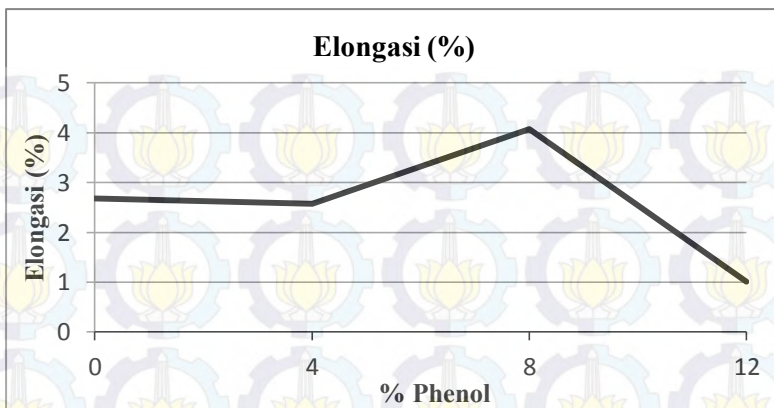
Tabel 4.4
Hasil pengujian tarik

No	Kode Sampel	σ_{\max} (Kgf/mm ²)	σ_{\max} (MPa)	Elongasi (%)	Modulus Young (MPa)
1	DGEBA/TEA(20)/Ph(0)	5,61	55,02	2,68	2052,99
2	DGEBA/TEA(16)/Ph(4)	6,83	66,98	2,57	2606,23
3	DGEBA/TEA(12)/Ph(8)	7,21	70,71	4,07	1737,35
4	DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	5,56	54,53	1,01	5399,01
5	DGEBA/TEA(4)/Ph(16)	-	-	-	-
6	DGEBA/TEA(0)/Ph(20)	-	-	-	-

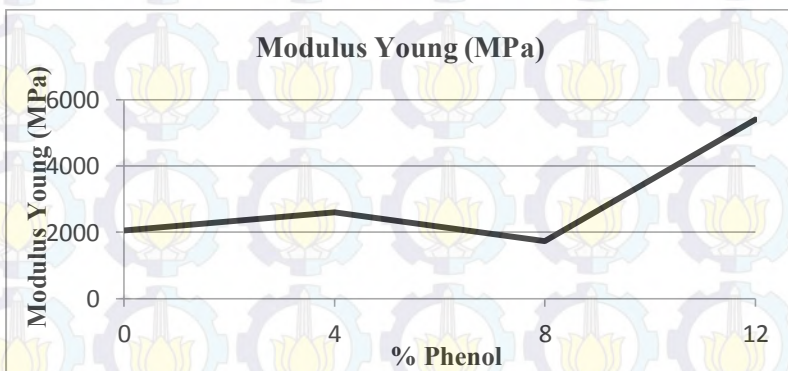


Gambar 4.4 Grafik pengaruh %*phenol* terhadap kekuatan tarik

Tabel 4.5 membandingkan sifat mekanik DGEBA/TEA(12)/Ph(8) dengan properti epoksi komersial. DGEBA/TEA(12)/Ph(8) dipilih karena memiliki sifat mekanik yang secara umum paling baik. Epoksi komersial pembanding terdiri dari resin epoksi berkode 103 dengan jenis DGEBA dan *hardener* berupa *polyamine* berkode 301. Epoksi komersial dipasok oleh M/s Sharon Engineering Enterprises, Cochin. Temperatur *curing* yang digunakan adalah temperatur ruangan (Neagu, 1998).



Gambar 4.5 Grafik pengaruh %*phenol* terhadap elongasi



Gambar 4.6 Grafik pengaruh %*phenol* terhadap modulus Young

Hasil komparasi menyatakan bahwa DGEBA/TEA(12)/Ph(8) memiliki kekuatan tarik dan elongasi yang lebih tinggi daripada epoksi komersial, berselisih sekitar 22 MPa dan 1% secara berurutan. Elongasi epoksi komersial yang lebih rendah mengakibatkan kekakuan epoksi komersial menjadi tinggi, sekitar 40% lebih tinggi dari modulus Young DGEBA/TEA(12)/Ph(8).



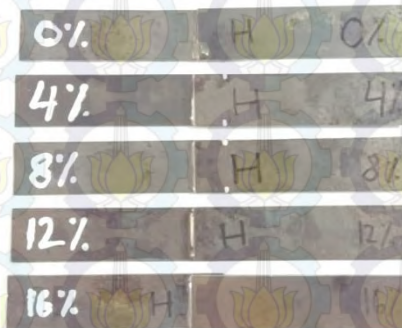
Tabel 4.5

Perbandingan properti mekanik DGEBA/TEA(12)/Ph(8) dengan epoksi komersial

No	Kode Sampel	Kekuatan Tarik (MPa)	Elongasi (%)	Modulus Young (MPa)
1	DGEBA/TEA(12)/Ph(8)	70,71	4,07	1737,35
2	Epoksi Komersial	48	3,10	2420

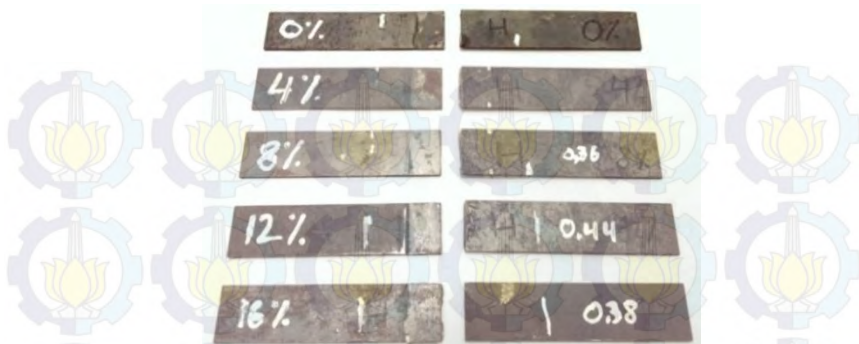
4. 4. Analisis Pengujian Adhesive

Pengujian *adhesive* yang dilakukan adalah pengujian *single-lap shear* atau *tensile-shear test*. Pengujian ini bertujuan untuk mempelajari kekuatan *adhesive* epoksi yang dicerminkan dari kekuatan geser (*lap shear strength*) pada DGEBA/TEA/Ph.



Gambar 4.7 Spesimen uji adhesive sebelum pengujian

Epoksi DGEBA yang mengalami proses *curing* dengan menggunakan *phenol* menghasilkan *lap shear strength* dan kekuatan *adhesive* yang cukup baik (Su, et al., 1999). *Curing agent* berbasis *phenol* pada dasarnya memiliki kekuatan geser rendah dikarenakan sifatnya yang sangat getas, tetapi dapat ditingkatkan secara signifikan ketika dicampurkan dengan epoksi DGEBA. Pencampuran dengan epoksi DGEBA memungkinkan penurunan kegetasan (Augustine, et al., 2014).



Gambar 4.8 Spesimen uji adhesive setelah pengujian

Kekuatan geser campuran DGEBA dengan *curing agent* berbasis *phenol* cukup tinggi, bahkan hampir dua kali lipat kekuatan geser epoksi dengan *curing agent* berbasis *amine* (Huang, et al., 2012). Tabel 4.6 menunjukkan hasil pengujian adhesive. Kekuatan geser maksimum diperoleh pada DGEBA/TEA(20)/Ph(0), sebesar 13,14 MPa. Kekuatan geser semakin menurun seiring dengan naiknya rasio berat Ph (Augustine, et al., 2014). Kekuatan geser minimum diperoleh pada DGEBA/TEA(4)/Ph(16), sebesar 10,98 MPa.

Tabel 4.6

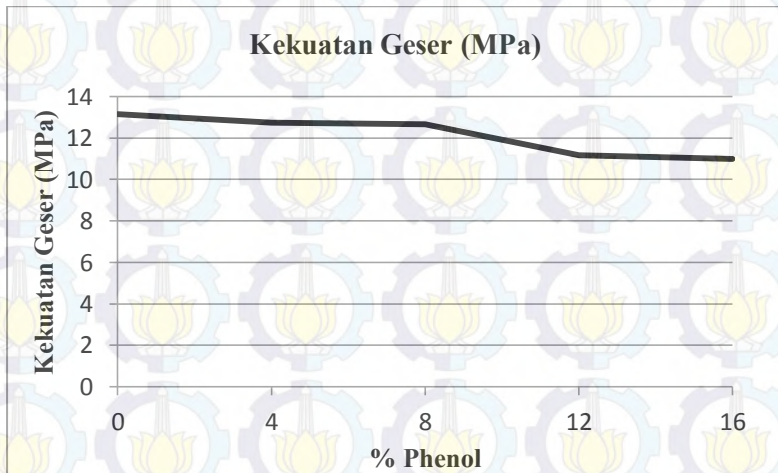
Hasil pengujian adhesive

No	Kode Sampel	σ_{\max} (Kgf/mm ²)	σ_{\max} (MPa)
1	DGEBA/TEA(20)/Ph(0)	1,34	13,14
2	DGEBA/TEA(16)/Ph(4)	1,30	12,75
3	DGEBA/TEA(12)/Ph(8)	1,29	12,65
4	DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	1,14	11,18
5	DGEBA/TEA(4)/Ph(16)	1,12	10,98
6	DGEBA/TEA(0)/Ph(20)	-	-

Pada seluruh spesimen hasil pengujian, teramati bahwa kegagalan terjadi pada *interface* DGEBA/TEA/Ph dengan logam,



bukan pada substrat logam baja. Permukaan *overlap* pelat baja pun relatif bersih dari epoksi. Fenomena ini menandakan kekuatan *adhesive* DGEBA/TEA/Ph masih bisa ditingkatkan pada area *interface* sehingga kekuatan geser secara keseluruhan dapat meningkat hingga mendekati atau bahkan melebihi kekuatan tarik epoksi (Wang, et al., 2009).



Gambar 4.9 Grafik pengaruh %phenol terhadap kekuatan geser

Tabel 4.7 membandingkan kekuatan geser DGEBA/TEA(20)/Ph(0) dengan epoksi dari dua penelitian yang dilakukan sebelumnya (Ramaputra, 2014; Liemawan, 2014) karena ketidaktersediaan data kekuatan geser dari epoksi komersial. DGEBA/ TEA(20)/Ph(0) dipilih karena memiliki kekuatan geser yang paling baik. Kedua epoksi pembanding adalah resin epoksi DGEBA dengan *hardener* poli(amino amid) (PAA) dengan perbedaan pada katalis, yaitu kobalt (DGEBA/PAA(20)/Kobalt(4%)) (Liemawan, 2014) dan metil etil keton peroksida (mepoxe) (DGEBA/PAA(20)/Mepoxe(4%)) (Ramaputra, 2014). Temperatur *curing* adalah temperatur ruangan. Hasil komparasi menunjukkan bahwa DGEBA/ TEA(20)/Ph(0), bahkan seluruh



variasi komposisi DGEBA/ TEA/Ph memiliki kekuatan geser yang lebih tinggi dari DGEBA/ PAA(20)/Kobalt(4%) dan DGEBA/PAA(20)/ Mepoxe(4%) dengan perbedaan yang cukup besar.

Tabel 4.7

Perbandingan kekuatan geser DGEBA/TEA(20)/Ph(0) dengan DGEBA/PAA(20)/Kobalt(4%) dan DGEBA/PAA(20)/Mepoxe (4%)

No	Komposisi	Kekuatan Geser (MPa)
1	DGEBA/TEA(20)/Ph(0)	13,14
2	DGEBA/PAA(20)/Kobalt(4%)	8,4
3	DGEBA/PAA(20)/Mepoxe(4%)	8,23

Salah satu metode yang dapat dilakukan untuk meningkatkan kekuatan geser adalah dengan mengasarkkan permukaan *overlap* pelat baja, semisal dengan metode *sand-blasting*. Metode ini akan membuat permukaan *overlap* pelat baja menjadi tidak rata sehingga akan meningkatkan *mechanical bonding* atau *mechanical locking* antara permukaan *overlap* pelat baja dengan epoksi. Dengan itu, diharapkan kekuatan geser epoksi akan mendekati kekuatan tariknya (Cognard, 2005).

4. 5. Analisis Pengujian SEM

Pengujian SEM (*Scanning Electron Microscope*) bertujuan untuk mempelajari morfologi, topografi permukaan sampel dan bentuk serta ukuran mikrostruktur dan rongga-rongga yang mungkin ada pada epoksi. Spesimen SEM berasal dari penampang patahan spesimen uji tarik DGEBA/TEA/Ph. Spesimen DGEBA/TEA(20)/Ph(0) dipilih karena merupakan titik awal yang digunakan sebagai acuan properti dasar DGEBA hanya dengan tambahan TEA, tanpa penambahan Ph. Spesimen DGEBA/TEA(12)/Ph(8) dipilih karena memiliki kekuatan tarik dan elongasi tertinggi, serta memiliki kekuatan geser yang relatif



tinggi. Spesimen DGEBA/TEA(8)/Ph(12) dipilih karena memiliki kekuatan tarik dan elongasi terendah, serta memiliki kekuatan geser yang relatif rendah.

Gambar 4.10 menunjukkan mikrostruktur DGEBA/TEA(20)/Ph(0). Pada perbesaran 100x tampak permukaan yang bergelombang dan terdapat lubang atau rongga berukuran makro berjumlah 1 buah. Pada perbesaran 500x dan 1000x tampak mikrostruktur yang penuh porositas berupa rongga-rongga atau lubang-lubang berbentuk bulat. Porositas memiliki dimensi kurang dari $2\mu\text{m}$ dan terdistribusi secara merata pada permukaan epoksi (Huang, et al., 2012). Mikrostruktur DGEBA/TEA(20)/Ph(0) juga cukup kasar dan terdapat bekas-bekas deformasi plastis berupa garis-garis. Porositas yang tersebar merata di seluruh permukaan spesimen menjelaskan kekuatan tarik material yang rendah pada pengujian tarik. Dengan porositas yang mendominasi seluruh bagian material, material tidak mempunyai cukup kekuatan untuk menahan beban yang diberikan.

Terdapat 2 perkiraan mekanisme terbentuknya porositas. Pertama, porositas terbentuk oleh gas yang terperangkap dalam campuran epoksi selama proses *mixing* dan melepaskan diri ketika proses *curing* pada temperatur di atas temperatur ruangan (Liu, et al., 2014). Kedua, porositas terbentuk saat reaksi *curing* berjalan, ketika berat molekular naik, pemisahan fase terjadi pada tahap tertentu sehingga menimbulkan morfologi dua fase (Huang, et al., 2012). Garis-garis deformasi plastis dan mikrostruktur material yang kasar menandakan bahwa patahan yang terjadi adalah patahan yang ulet (Huang, et al., 2012), (Nair, 2004). Hal ini sekali lagi sesuai dengan hasil pengujian tarik yang mendapati bahwa elongasi DGEBA/TEA(20)/Ph(0) relatif tinggi.

Gambar 4.11 menunjukkan mikrostruktur DGEBA/TEA(12)/Ph(8). Mikrostruktur campuran epoksi DGEBA dengan penambahan *curing agent* berbasis *phenol* menggambarkan permukaan yang lebih halus dan tanpa porositas (Augustine, et al., 2014). Pada perbesaran 100x tampak bekas-bekas deformasi plastis berupa garis-garis bekas patahan. Pada perbesaran 500x

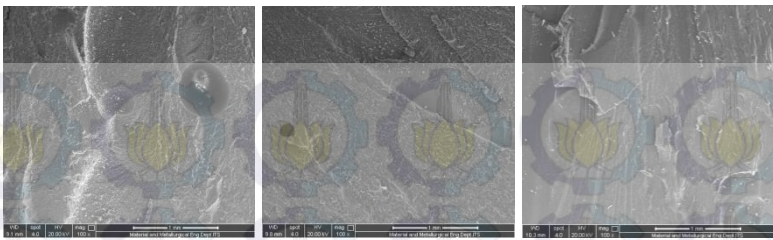


dan 1000x, mikrostruktur terlihat kasar dan tampak seperti *flake* pada seluruh permukaan material, disertai dengan garis-garis bekas deformasi plastis.

Pada mikrostruktur DGEBA/TEA(12)/Ph(8) tidak ditemui porositas. Mikrostruktur material yang kasar serta terlihatnya garis bekas deformasi plastis menjelaskan ketangguhan material yang tinggi akibat penambahan *phenol* sehingga memicu terbentuknya rantai *ether* yang fleksibel (Nair, 2004). Mikrostruktur yang kasar mengindikasikan bahwa material mengalami deformasi geser (*shear*) yang sangat besar. Maka dari itu dapat disimpulkan bahwa material menyerap energi selama proses deformasi plastis akibat dikenai gaya (Huang, et al., 2012).

Gambar 4.12 menunjukkan mikrostruktur DGEBA/TEA(8)/Ph(12). Mirip dengan mikrostruktur spesimen DGEBA/TEA(12)/Ph(8), penambahan *curing agent* berbasis *phenol* membuat permukaan mikrostruktur material menjadi lebih halus dan tidak dijumpai adanya porositas (Augustine, et al., 2014). Perbesaran 100x menampakkan bekas patahan berpola seperti sobekan dan terdapat hanya sedikit bekas deformasi plastis pada permukaan spesimen. Perbesaran 500x dan 1000x menampakkan mikrostruktur material yang cenderung halus dan minim bekas deformasi plastis.

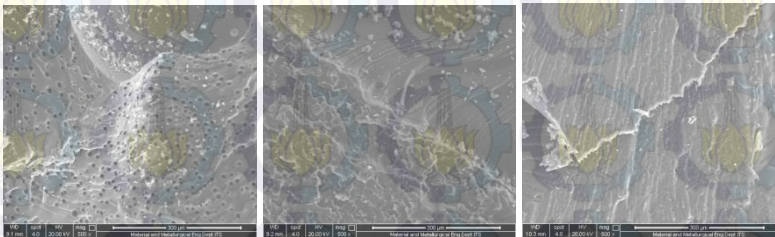
Permukaan patahan yang *glassy*, berpola sobekan dan halus dengan crack pada beberapa bagian mengindikasikan patahan yang getas. Sifat getas umumnya disebabkan oleh ketangguhan serta keuletan material yang rendah, sehingga dibutuhkan energi yang lebih kecil untuk membuat epoksi tersebut mengalami *failure*. Fenomena tersebut menjelaskan penurunan kekuatan tarik dan elongasi material, serta peningkatan kekakuan spesimen dengan komposisi ini pada pengujian tarik. Patahan seperti ini mempunyai ciri khas cepat-patah karena permukannya yang relatif halus dan hanya sangat sedikit terdapat deformasi plastis (Huang, et al., 2012).



(a) (b) (c)

Gambar 4.10 Hasil SEM perbesaran 100x :

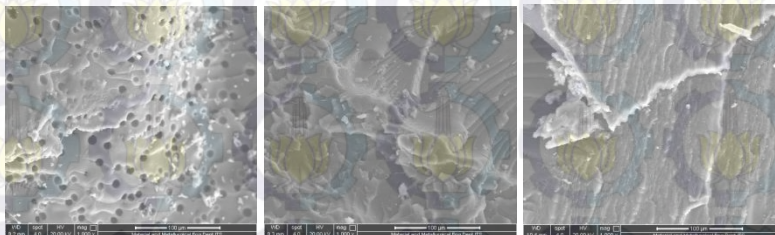
(a) DGEBA/TEA(20)/Ph(0), (b) DGEBA/TEA(12)/Ph(8),
(c) DGEBA/TEA(8)/Ph(12)



(a) (b) (c)

Gambar 4.11 Hasil SEM perbesaran 500x :

(a) DGEBA/TEA(20)/Ph(0), (b) DGEBA/TEA(12)/Ph(8),
(c) DGEBA/TEA(8)/Ph(12)



(a) (b) (c)

Gambar 4.12 Hasil SEM perbesaran 1000x :

(a) DGEBA/TEA(20)/Ph(0), (b) DGEBA/TEA(12)/Ph(8),
(c) DGEBA/TEA(8)/Ph(12)



4. 6. Analisis Pengujian Water Absorption

Pengujian *water absorption* bertujuan untuk mempelajari laju serapan air (H_2O) oleh DGEBA/TEA/Ph ketika dicelupkan sepenuhnya di dalam air selama 28 hari.



Gambar 4.13 Pengujian *water absorption*

Tabel 4.8 menunjukkan hasil pengujian *water absorption*. DGEBA/TEA(20)/Ph(0) merupakan yang paling banyak menyerap air, dengan 6,39% penambahan berat dari berat spesimen mula-mula. DGEBA/TEA(4)/Ph(16) menyerap air paling sedikit, yaitu sebesar 2,08%. DGEBA/TEA(16)/Ph(4) dan DGEBA/TEA(12)/Ph(8) menyerap air dengan persentase yang hampir sama, yaitu 3,51% dan 3,72%, sedangkan spesimen DGEBA/TEA(8)/Ph(12) menyerap air sebanyak 2,87%.

DGEBA/TEA(20)/Ph(0) menyerap banyak air ditengarai disebabkan oleh struktur mikronya. Hasil pengujian SEM menunjukkan mikrostruktur material yang penuh porositas berukuran nano. Porositas ini diperkirakan memerangkap air dalam jumlah besar ketika material dicelupkan dalam air.

DGEBA/TEA(12)/Ph(8) memiliki mikrostruktur yang kasar dan berbentuk *flake* yang merata pada seluruh bagian material ketika diamati dengan SEM. Spesimen DGEBA/TEA(16)/Ph(4) diperkirakan memiliki mikrostruktur yang mirip. Mikrostruktur tersebut memungkinkan terjadinya penyerapan air.

Pengujian SEM juga menunjukkan bahwa spesimen DGEBA/TEA(8)/Ph(12) dan DGEBA/TEA(4)/Ph(16) memiliki mikrostruktur yang cenderung mulus dan halus. Penambahan *phenol* yang menyebabkan mikrostruktur berbentuk demikian memungkinkan material hanya sedikit menyerap air (Nair, 2004).



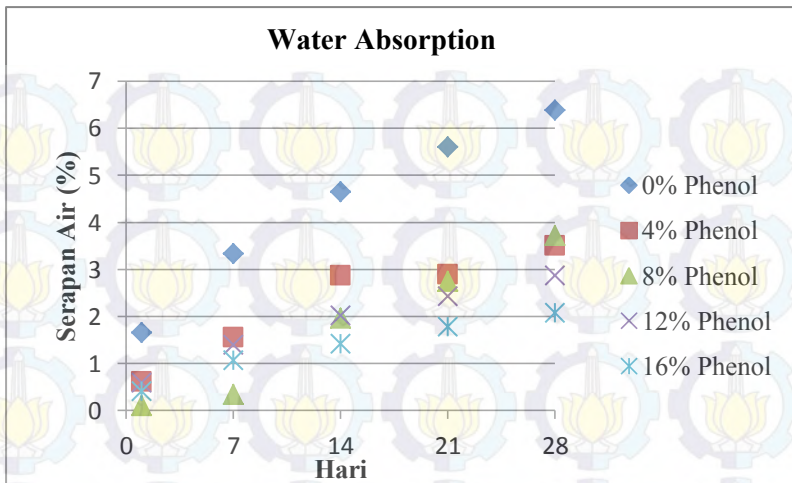
Laju serapan air tinggi pada awal proses imersi disebabkan interaksi yang kuat antara air dan jaringan polimer. Penelitian mekanisme serapan air menunjukkan bahwa molekul air masuk dalam polimer dengan: memutus ikatan molekul yang membatasi penyerapan air ke dalam sistem dan molekul air terikat pada sisi hidrofilik pada polimer (Lettieri, et al., 2012).

Saat konsentrasi air bertambah, jumlah gugus polar dalam polimer yang tersedia untuk membentuk ikatan hidrogen juga berubah hingga suatu ketika jenuh oleh air dan molekul air lebih memilih untuk membentuk ikatan hidrogen dengan molekul air lainnya (Lettieri, et al., 2012). Penyerapan air selama 28 hari diperkirakan telah mencapai kondisi *quasi-equilibrium*. Penyerapan air akan terus berlanjut setelah kondisi *quasi-equilibrium*, tetapi molekul air hanya akan berada pada *micro-void* dan permukaan material saja. Penyerapan air akan mencapai kondisi *equilibrium* ketika semua *micro-void* terisi (Chow, 2007). Pada penelitian sebelumnya yang menggunakan material epoksi yang sama dengan kondisi pengujian yang sama, dibutuhkan 60 minggu untuk mencapai kondisi jenuh (Lettieri, et al., 2012). Serapan air berpengaruh pada sambungan *adhesive*-logam yang lebih sensitif terhadap putusnya ikatan kimia pada lingkungan kerja yang lembab daripada sambungan *adhesive*-keramik atau *adhesive*-plastik dikarenakan faktor korosi (Cognard, 2005).

Tabel 4.8

Hasil pengujian *water absorption* (% pertambahan berat)

No	Kode Sampel	1 hari (%)	7 hari (%)	14 hari (%)	21 hari (%)	28 hari (%)	Total (%)
1	DGEBA/TEA(20)/Ph(0)	1,66	1,68	1,31	0,96	0,78	6,39
2	DGEBA/TEA(16)/Ph(4)	0,62	0,94	1,31	0,03	0,61	3,51
3	DGEBA/TEA(12)/Ph(8)	0,11	0,24	1,62	0,78	0,97	3,72
4	DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	0,59	0,81	0,62	0,41	0,44	2,87
5	DGEBA/TEA(4)/Ph(16)	0,41	0,66	0,35	0,36	0,30	2,08
6	DGEBA/TEA(0)/Ph(20)	-	-	-	-	-	-



Gambar 4.14 Grafik pengaruh %phenol terhadap serapan air selama 28 hari proses imersi

Tabel 4.9 membandingkan total serapan air DGEBA/TEA(4)/Ph(16) dengan epoksi komersial selama 28 hari. DGEBA/TEA(4)/Ph(16) dipilih karena memiliki serapan air paling sedikit. Epoksi komersial pembanding terdiri dari resin epoksi DGEBA dan *curing agent* campuran *amine* alifatik dan aromatik, yaitu *polyethylenimine* – *m-xylenediamine* – *nonylphenol*, disediakan siap pakai. Epoksi komersial diproduksi dan dipasok oleh MAPEI S.p.A. (Italia). Temperatur *curing* adalah temperatur ruangan ($23 \pm 2^\circ\text{C}$) dengan *relative humidity* (RH) $50 \pm 5\%$ (Lettieri, et al., 2012).

DGEBA/TEA(4)/Ph(16) menyerap air lebih banyak, hingga 5 kali lipat serapan air epoksi komersial. Dapat disimpulkan bahwa DGEBA/TEA(4)/Ph(16) memiliki properti serapan air yang buruk, sehingga tidak cocok untuk diaplikasikan pada lingkungan kerja yang basah atau lembab.



Tabel 4.9

Perbandingan serapan air DGEBA/TEA(4)/Ph(16) dengan epoksi komersial selama 28 hari

No	Kode Sampel	Serapan Air (%)
1	DGEBA/TEA(4)/Ph(16)	2,08
2	Epoksi Komersial	0,49

Dalam literatur juga dilakukan penelitian mengenai pengaruh imersi dalam air pada sifat mekanik epoksi. Penelitian menunjukkan bahwa terjadi sedikit peningkatan pada kekuatan tarik epoksi, diikuti dengan penurunan kekuatan tarik ketika imersi dilanjutkan dalam durasi yang lebih lama. Sedikit peningkatan kekuatan tarik pada awal proses imersi terjadi karena adanya peningkatan densitas *cross-link*. Penurunan yang selanjutnya diakibatkan oleh degradasi akibat air. Perilaku yang sama juga teramati pada modulus Young (Lettieri, et al., 2012), tetapi berkebalikan dengan sifat termalnya. Secara umum, T_g pada resin epoksi berbasis *phenol* akan bertambah seiring dengan meningkatnya penyerapan air (Ogata, et al., 1993).

4. 7. Analisis Pengujian TGA

Pengujian TGA (*Thermogravimetry Analysis*) dilakukan untuk mempelajari pengaruh perubahan temperatur terhadap perubahan berat material (*weight loss*) pada DGEBA/TEA/Ph. Secara umum, epoksi dengan *curing agent* berbasis *phenol* memiliki stabilitas termal yang baik (Nair, 2004). Tabel 4.11 menunjukkan stabilitas termal dengan membandingkan $T_{5\%}$ dan $T_{10\%}$ (temperatur ketika epoksi terdegradasi sebanyak 5% dan 10%, secara berurutan), T_{id} dan T_{pd} (temperatur pendekatan dekomposisi awal (onset) dan puncak, secara berurutan), serta persentase residu (R) pada setiap variasi DGEBA/TEA/Ph.

Bertambahnya persentase *phenol* terbukti meningkatkan stabilitas termal pada temperatur medium, ditunjukkan dengan $T_{5\%}$ dan $T_{10\%}$ DGEBA/TEA /Ph. Penambahan persentase *phenol*



sedikit pengaruhnya pada stabilitas termal temperatur tinggi (T_{id} dan T_{pd}) dimana terjadi dekomposisi sehingga epoksi mengalami penurunan berat secara signifikan (Liu, et al., 2014). Semakin tinggi persentase *phenol*, T_{id} bergeser sedikit lebih rendah dan T_{pd} akan bergeser sedikit lebih tinggi. Menurut penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, perilaku ini didapat tanpa mengorbankan sifat mekanik secara signifikan (Nair, 2004).

Pengujian TGA menyatakan bahwa proses degradasi termal dibagi menjadi 4 tahap : pengeringan material, fase stabil, dekomposisi termal kedua dan proses hancurnya polimer. Emisi karbon dioksida, *aliphatic hydrocarbons*, karbon monoksida, dll. merupakan produk dekomposisi yang terbentuk pada temperatur yang sangat tinggi saat terjadi pembakaran dan proses *pyrolysis* (Ahmad, et al., 2013).

Penurunan berat minor pada temperatur relatif rendah, yaitu di bawah 200°C , disebabkan oleh penguapan air, zat-zat volatil, hasil sampingan dari reaksi *cross-linking* maupun oligomer yang tidak bereaksi di dalam epoksi (Zhang, et al., 2012), (Liu, et al., 2014), (Shokralla, et al., 2009). Zat-zat tersebut cenderung memiliki temperatur penguapan yang rendah.

Proses awal dekomposisi terjadi pada temperatur sekitar 300°C . Pada temperatur ini jaringan polimer masih cenderung stabil dan hanya mengalami sedikit penurunan berat akibat degradasi gugus hidroksil sekunder pada rantai propil resin epoksi (Zhang, et al., 2012), (Shokralla, et al., 2009).

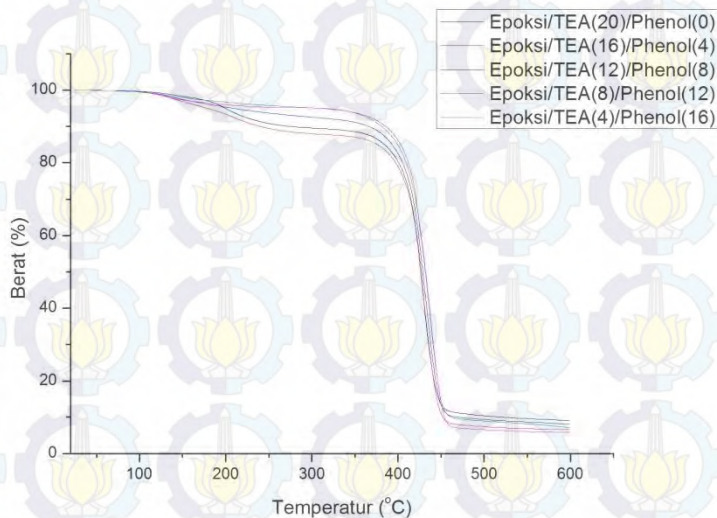
Penurunan berat signifikan (di atas 80%) yang terjadi pada temperatur tinggi, yaitu di atas 400°C , merupakan proses dekomposisi material epoksi dan karbonisasi dimana hanya menghasilkan residu tidak lebih dari 10% berat awal pada akhir proses (Liu, et al., 2014). Pada temperatur ini terjadi perubahan yang dramatis, menyebabkan hancurnya jaringan polimer yang merupakan penyebab utama kehilangan berat pada degradasi termal dan pembentukan domain poliaromatik (Zhang, et al., 2012), (Ahmad, et al., 2013). Temperatur dekomposisi ini mencerminkan stabilitas termal epoksi pada temperatur tinggi.



Degradasi terakhir terjadi pada temperatur di atas 600°C dimana terjadi reaksi termo-oksidasi (Shokralla, et al., 2009). Atmosfer nitrogen menghindarkan reaksi pirolisis yang dapat terjadi jika terdapat oksigen dalam atmosfer (Ren, et al., 2007).

Tabel 4.10
Hasil pengujian TGA

No	Kode Sampel	T _{5%} (°C)	T _{10%} (°C)	T _{id} (°C)	T _{pd} (°C)	R (%)
1	DGEBA/TEA(20)/Ph(0)	199,3	275,3	418,5	429,5	9,41
2	DGEBA/TEA(16)/Ph(4)	178,6	240,1	411,2	425,5	6,61
3	DGEBA/TEA(12)/Ph(8)	208,4	366,1	415,2	429,7	8,48
4	DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	307,4	385,7	404,3	436,5	8,47
5	DGEBA/TEA(4)/Ph(16)	311,3	381,0	404,5	438,4	5,83
6	DGEBA/TEA(0)/Ph(20)	-	-	-	-	-



Gambar 4.15 Grafik pengaruh %Ph terhadap stabilitas termal



Tabel 4.12 membandingkan stabilitas termal DGEBA/TEA(4)/Ph(16) ($T_{5\%}$, $T_{10\%}$, T_{pd} dan R) dengan penelitian sebelumnya. DGEBA/TEA(4)/Ph(16) dipilih karena memiliki stabilitas termal tertinggi. Epoksi pembanding adalah resin epoksi DGEBA dengan *hardener* poli(amino amid) (PAA) (DGEBA/PAA(20)) (Liemawan, 2014), (Ramaputra, 2014). Temperatur *curing* adalah temperatur ruangan.

Hasil komparasi menunjukkan bahwa secara umum DGEBA/TEA(4)/Ph(16) memiliki stabilitas termal yang lebih baik dari DGEBA/PAA(20), khususnya pada temperatur tinggi. T_{pd} pada DGEBA/TEA(4)/Ph(16) jauh melebihi T_{pd} milik DGEBA/PAA(20) dengan jumlah residu yang serupa. DGEBA/TEA(4)/Ph(16) juga terdegradasi sebanyak 10% pada temperatur yang lebih tinggi, walaupun terdegradasi sebanyak 5% pada temperatur yang lebih rendah.

Tabel 4.11

Perbandingan stabilitas termal DGEBA/TEA(4)/Ph(16) dengan DGEBA/PAA(20)

No	Kode Sampel	$T_{5\%}$ (°C)	$T_{10\%}$ (°C)	T_{pd} (°C)	R (%)
1	DGEBA/TEA(4)/Ph(16)	311,3	381,0	438,4	5,83
2	DGEBA/PAA(20)	351,3	361,5	370	6,16

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5. 1. Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini adalah :

1. Penambahan persentase *phenol* dalam komposisi *curing agent* meningkatkan kekuatan tarik dan elongasi epoksi hingga mencapai titik maksimum pada DGEBA/TEA(12)/Ph(8), yaitu sebesar 70,71 MPa dan 4,07%.
2. Penambahan persentase *phenol* dalam komposisi *curing agent* menurunkan kekuatan *adhesive* epoksi. Kekuatan geser maksimum diperoleh pada DGEBA/TEA(20)/Ph(0), yaitu sebesar 13,14 MPa.
3. Penambahan persentase *phenol* dalam komposisi *curing agent* meningkatkan ketahanan serapan air epoksi hingga mencapai titik minimum pada DGEBA/TEA(4)/Ph(16), yaitu sebesar 2,08%.
4. Penambahan persentase *phenol* dalam komposisi *curing agent* meningkatkan stabilitas termal epoksi hingga mencapai titik maksimum pada DGEBA/TEA(4)/Ph(16). Epoksi terdegradasi sebanyak 5% pada temperatur 311,3°C, terdegradasi sebanyak 10% pada temperatur 381,0°C dan terdekomposisi pada temperatur 438,4°C.

5. 2. Saran

Saran dari penelitian ini adalah :

1. Epoksi DGEBA/TEA/Ph cocok digunakan untuk aplikasi *adhesive* yang memerlukan kekuatan tinggi dan bertemperatur kerja tinggi, serta tampilan yang baik.
2. Permukaan substrat objek *adhesive* sebaiknya dikasarkan terlebih dahulu sebelum aplikasi



DGEBA/TEA/Ph untuk meningkatkan *mechanical bonding adhesive*.

3. Penelitian selanjutnya diharapkan mengadakan penelitian lebih lanjut untuk meningkatkan sifat mekanik dan termal epoksi DGEBA/TEA/Ph pada temperatur *curing* yang lebih rendah dan dengan waktu tahan yang lebih singkat.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahamad, T., & Alshehri, S. M. 2013, May. **Thermal Degradation and Evolved Gas Analysis of Epoxy (DGEBA)/Novolac Resin Blends (ENB) During Pyrolysis and Combustion.** *J. Therm. Anal. Calorim.*, *111*, 445-451.
- ASTM International. 1999. **ASTM D 570 - 98 Standard Test Method for Water Absorption of Plastics.** West Conshohocken, Pennsylvania, United States of America: ASTM International.
- ASTM International. 2001. **ASTM D 1002 - 01 Standard Test Method for Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal-to-Metal).** West Conshohocken, Pennsylvania, United States of America: ASTM International.
- ASTM International. 2001. **ASTM D 543 - 95 Standard Practices for Evaluating the Resistance of Plastics to Chemical Reagents.** West Conshohocken, Pennsylvania, United States of America: ASTM International.
- ASTM International. 2001. **Specification for Carbon Structural Steel.** In ASTM International, *Annual Book of ASTM Standards* (p. 157).
- Augustine, D., Vijayalakshmi, K. P., Sadhana, R., Mathew, D., & Nair, C. R. 2014, September. **Hydroxyl Terminated PEEK-Toughened Epoxy-Amino Novolac Phthalonitrile Blends - Synthesis, Cure Studies and Adhesive Properties.** *Polymer*, *55*, 6006-6016.
- Augustsson, C. 2004. **NM Epoxy Handbook Third Edition.** Ytterby: Nils Malmgren AB.
- Bhatnagar, M. S. 1996. **Epoxy Resins (Overview).** In M. S. Bhatnagar, *The Polymeric Materials Encyclopedia*. CRC Press, Inc.

- Bohling, R., Steinbrenner, U., Funke, F., Muller, G., Gaus, G., & Benisch, C. 2007. **Patent No. US 7,253,322 B2**. United States of America.
- Boyle, M. A., Martin, C. J., & Neuner, J. D. (n.d.). **Epoxy Resins**. Hexcel Corporation.
- Carra, S., Santacesaria, E., Morbidelli, M., Schwarz, P., & Divo, C. 1979. **Synthesis of Epichlorohydrin by Elimination of Hydrogen Chloride from Chlorohydrins**. *Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev.*, 424-427.
- Carvill, B., Glasgow, K., & Roland, M. 2003. **Patent No. US 7132575 B2**. United States of America.
- Cholake, S. T., Mada, M. R., Raman, R. S., Bai, Y., Zhao, X., Rizkall, S., et al. 2014, May. **Quantitative Analysis of Curing Mechanisms of Epoxy Resin by Mid- and Near-Fourier Transform Infra Red Spectroscopy**. *Defence Science Journal*, 64(3), 314-321.
- Chow, W. S. 2007, January. **Water Absorption of Epoxy/Glass Fiber/Organo-Montmorillonite Nanocomposites**. *eXPRESS Polymer Letters*, 1(2), 104-108.
- Cognard, J. 2005. **Some Recent Progress in Adhesion Technology and Science**. *C. R. Chimie*, 8, 13-24.
- Fink, J. K. 2005. **3-Epoxy Resins**. In J. K. Fink, *Reactive Polymers Fundamentals and Applications* (pp. 139-240). William Andrew Inc.
- Gonzales, M., Cabanelas, J. C., & Baselga, J. 2012. **Applications of FTIR on Epoxy Resins – Identification, Monitoring the Curing Process, Phase Separation and Water Uptake**. In T. Theophile (Ed.), *Infrared Spectroscopy - Materials Science, Engineering and Technology* (pp. 261-284). Madrid, Spain: InTech.
- Huang, K., Zhang, Y., Li, M., Lian, J., Yang, X., & Xia, J. 2012, January. **Preparation of a Light Color Cardanol-based Curing Agent and Epoxy Resin Composite: Cure-induced Phase Separation and Its Effect on Properties**. *Progress in Organic Coatings*, 74, 240-247.

- Huang, Y. P., & Woo, E. M. 2002, August. **Physical Miscibility and Chemical Reactions Between Diglycidylether of Bisphenol-A Epoxy and Poly(4-vinyl phenol).** *Polymer*, 43, 6795-6804.
- Jiang, H., Wang, J., Wu, S., Yuan, Z., Hu, Z., Wu, R., et al. 2012, May. **The Pyrolysis Mechanism of Phenol Formaldehyde Resin.** *Polymer Degradation and Stability*, 97, 1527-1533.
- Kim, W. G. 2010. **Photocure Reactions of Photoreactive Prepolymers with Cinnamate Groups.** *Photocure Reactions of Photoreactive Prepolymers*, 993-999.
- Koenhen, D. M., & Smolders, C. A. 1975. **The Determination of Solubility Parameters of Solvents and Polymers by Means of Correlations with Other Physical Quantities.** *Journal of Applied Polymer Science*, 1163-1179.
- Laza, J. M., Vilas, J. L., Garay, M. T., Rodriguez, M., & Leon, L. M. 2005, January. **Dynamic Mechanical Properties of Epoxy-Phenolic Mixtures.** *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, 43, 1548-1555.
- Lettieri, M., & Frigione, M. 2012, January. **Effects of Humid Environment on Thermal and Mechanical Properties of a Cold-curing Structural Epoxy Adhesive.** *Construction and Building Materials*, 30, 753-760.
- Li, Q., Li, X., & Meng, Y. 2012. **Curing of DGEBA Epoxy Using a Phenol-terminated Hyperbranched Curing Agent : Cure Kinetics, Gelation, and the TTT Cure Diagram.** *Thermochimica Acta Volume 549*, 69-80.
- Liemawan, F. K. 2014. **Pengaruh Penambahan Cobalt Terhadap Sifat Mekanik dan Thermal Epoksi Sebagai Bahan Adhesif Baja ASTM A-36.** Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Liu, C., Li, K., Li, H., Zhang, S., & Zhang, Y. 2014, January. **The Effect of Zirconium Incorporation on the Thermal Stability and Carbonized Product of**

- Phenoleformaldehyde Resin.** *Polymer Degradation and Stability*, 102, 180-185.
- Matsumoto, A., Hasegawa, K., & Fukuda, A. 1992. **Phenol Novolac/Poly(4-hydroxyphenylmaleimide) Blend Hardeners for DGEBA-type Epoxy Resin.** *Polymer International*, 173-177.
- May, C. A. 1988. **Introduction to Epoxy Resins.** In C. A. May, *Epoxy Resins Chemistry and Technology Second Edition*. New York: Marcel Dekker, Inc.
- Moskala, E. J., Varnell, D. F., & Coleman, M. M. 1985, February. **Concerning the Miscibility of Poly(vinyl phenol) Blends - FTi.r. Study.** *POLYMER*, 26, 228-234.
- Nair, C. R. 2004. **Advances in Addition-cure Phenolic Resins.** *Prog. Polym. Sci.*, 29, 4011-498.
- Neagu, L. 1998. **Synthesis of Bisphenol A with Heterogeneous Catalysts.** Ottawa: National Library of Canada.
- Ogata, M., Kinjo, N., & Kawata, T. 1993, April 20. **Effects of Crosslinking on Physical Properties of Phenol-formaldehyde Novolac Cured Epoxy Resins.** *Journal of Applied Polymer Science*, 48(4), 583-601.
- Pascault, J.-P., & Williams, R. J. 2010. **Epoxy Polymers, New Material and Innovations.** Morlenbach: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Petrie, E. M. 2005. **Epoxy Adhesive Formulations.** New York: McGraw-Hill Book Company.
- Pham, M.-P. 2011. **Theoretical Studies of Mechanisms of Epoxy Curing Systems.** Utah.
- Ramaputra, D. W. 2014. **Pengaruh Penambahan Mepoxe Terhadap Sifat Mekanik dan Stabilitas Thermal Epoksi Sebagai Bahan Adhesif Baja ASTM A-36.** Surabaya: ITS.
- Ren, H., Sun, J., Wu, B., & Zhou, Q. 2007, February. **Synthesis and Curing Properties of a Novel Novolac Curing Agent Containing Naphthyl and Dicyclopentadiene Moieties.** *Chin. J. Chem. Eng.*, 15(1), 127-131.

Shokralla, S. A., & Al-Muaikel, N. S. 2009. **Thermal Properties of Epoxy (DGEBA)/Phenolic Resin (Novolac) Blend.** *The Arabian Journal for Science and Engineering.*

Solomons, T. G., Fryhle, C. B., & Snyder, S. A. 2013. **Organic Chemistry 11th Edition.** United States of America: John Wiley & Sons, Inc.

Su, W. A., Chen, K. C., & Tseng, S. Y. 1999, December. **Effects of Chemical Structure Changes on Thermal, Mechanical, and Crystalline Properties of Rigid Rod Epoxy Resins.** *Journal of Applied Polymer Science*, 78, 446-451.

Tanaka, Y. 1988. **Synthesis and Characteristic of Epoxides.** In C. A. May, *Epoxy Resins Chemistry and Technology Second Edition.* New York: Marcel Dekker, Inc.

Three Bond. 1990, December 20. **Curing Agents for Epoxy Resin.** *Three Bond Technical News.*

Tomasi, R. A. 2014. **A Spectrum of Spectral Problems.** Colorado: University of Colorado at Boulder.

Wang, J., Jiang, N., & Jiang, H. 2009, April. **Effect of the Evolution of Phenol-formaldehyde Resin on the High-temperature Bonding.** *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 29, 718-723.

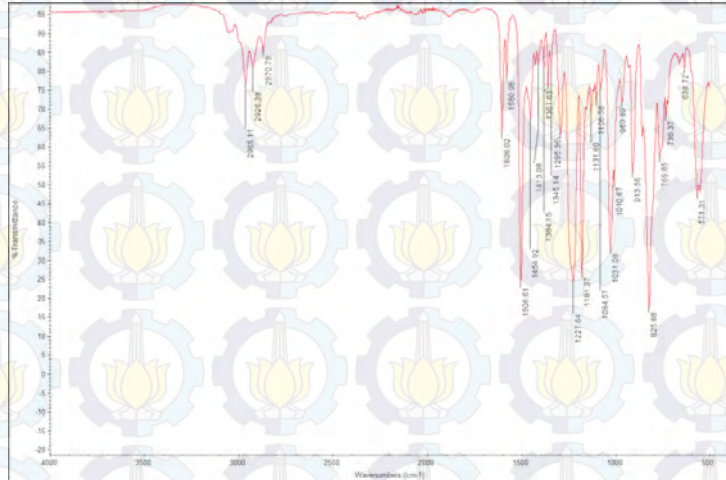
Zhang, Y., Shen, S., & Liu, Y. 2012, December. **The Effect of Titanium Incorporation on the Thermal Stability of Phenol-formaldehyde Resin and its Carbonization Microstructure.** *Polymer Degradation and Stability*, 98, 514-518.



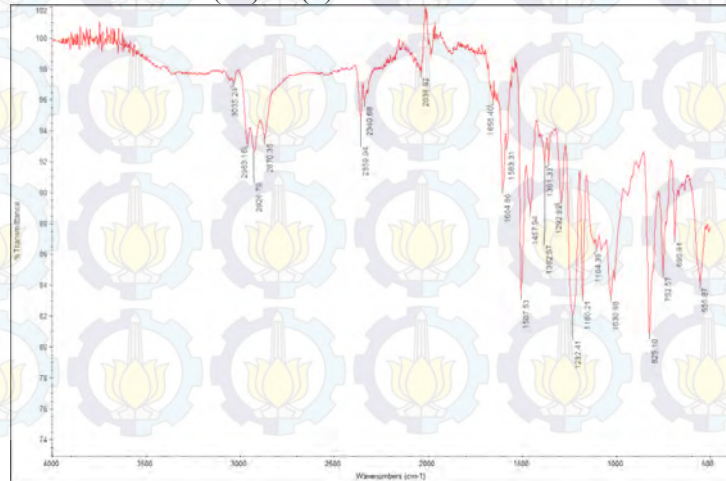
LAMPIRAN

A. Hasil Pengujian FTIR

A. 1. DGEBA



A. 2. DGEBA/TEA(12)/Ph(8)

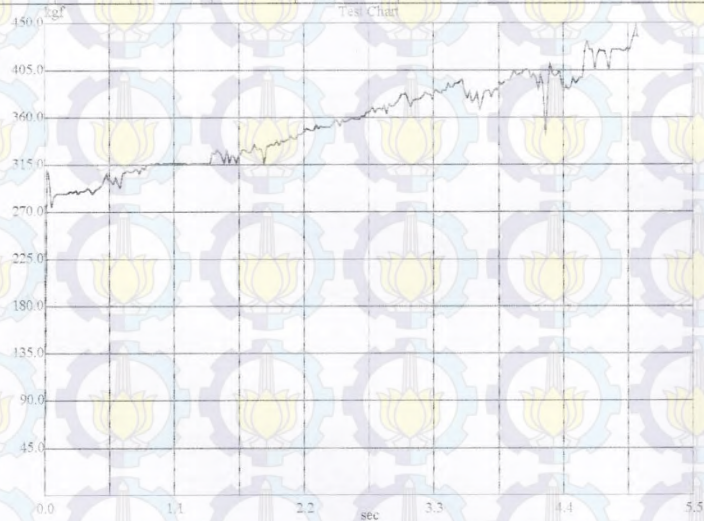




B. Hasil Pengujian Tarik

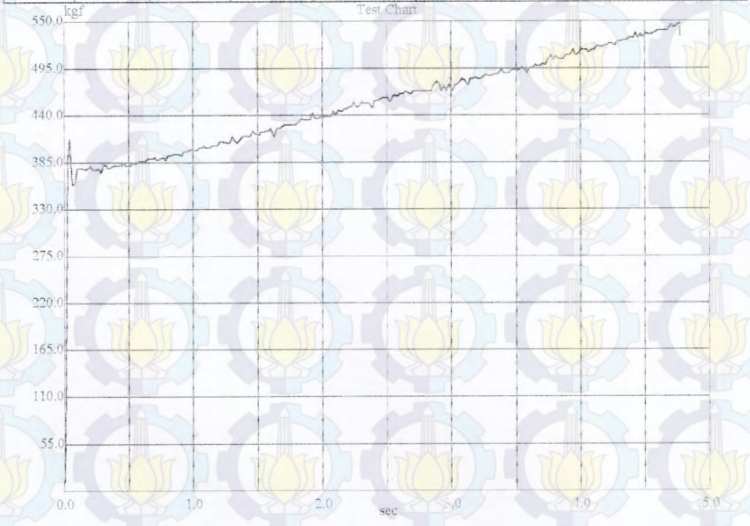
B. 1. DGEBA/TEA(20)/Ph(0)

No.	Length mm	Peak kgf	Peak kgf/mm ²	Elongation %
1	20.00	448.68	5.61	18.69
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
Average	20.00	448.68	5.61	18.69



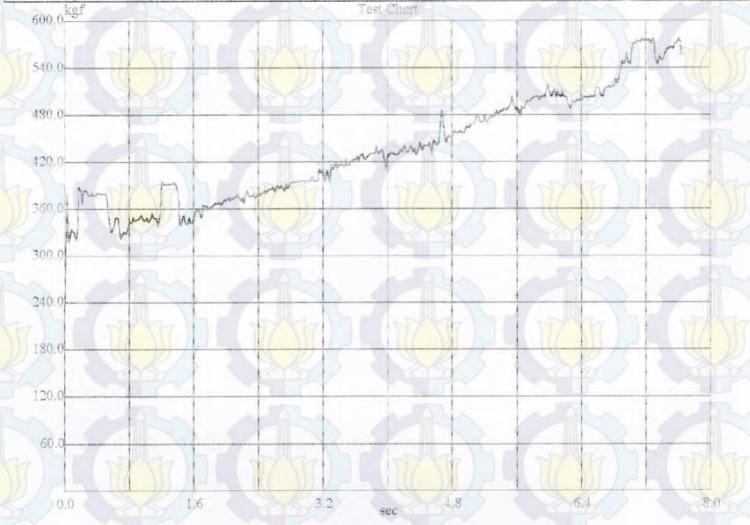
B. 2. DGEBA/TEA(16)/Ph(4)

No.	Length mm	Peak kgf	Peak kgf/mm²	Elongation %
1	20.00	546.69	6.83	17.88
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
Average	20.00	546.69	6.83	17.88



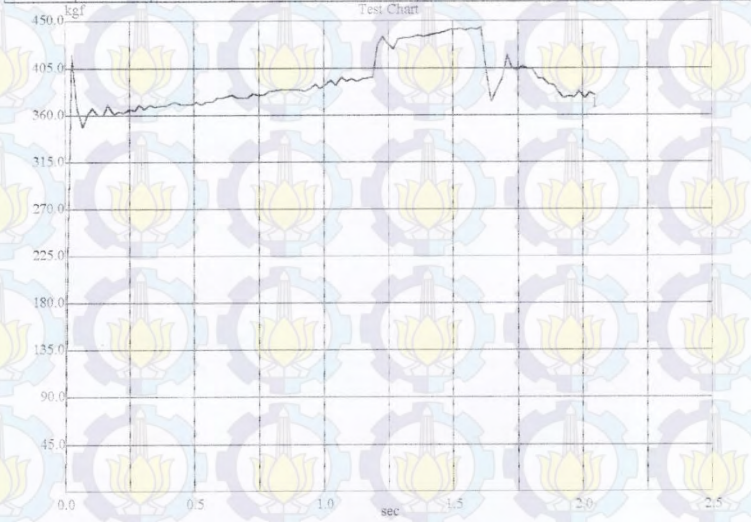
B. 3. DGEBA/TEA(12)/Ph(8)

No.	Length mm	Peak kgf	Peak kgf/mm ²	Elongation %
1	20.00	577.11	7.21	28.44
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
Average	20.00	577.11	7.21	28.44



B. 4. DGEBA/TEA(8)/Ph(12)

No.	Length mm	Peak kgf	Peak kgf/mm ²	Elongation %
1	20.00	444.45	5.56	7.75
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
Average	20.00	444.45	5.56	7.75

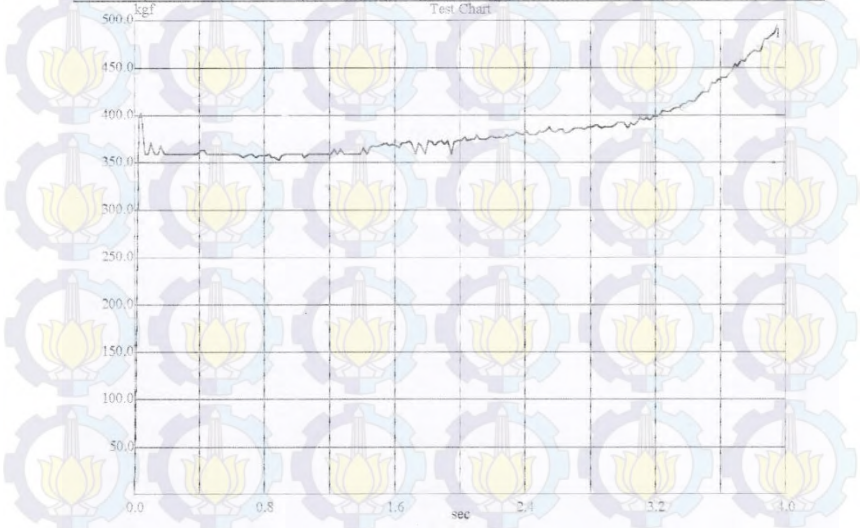


C. 1. DGEBA/TEA(20)/Ph(0)

The graph displays a single data series representing force over time. The signal is characterized by high-frequency noise. It begins at approximately 385 kgf, shows minor fluctuations, and then starts a more significant upward trend around 1.0 second, reaching a peak of about 500 kgf at 2.0 seconds. Following the peak, there is a sharp, sudden drop in the force value.

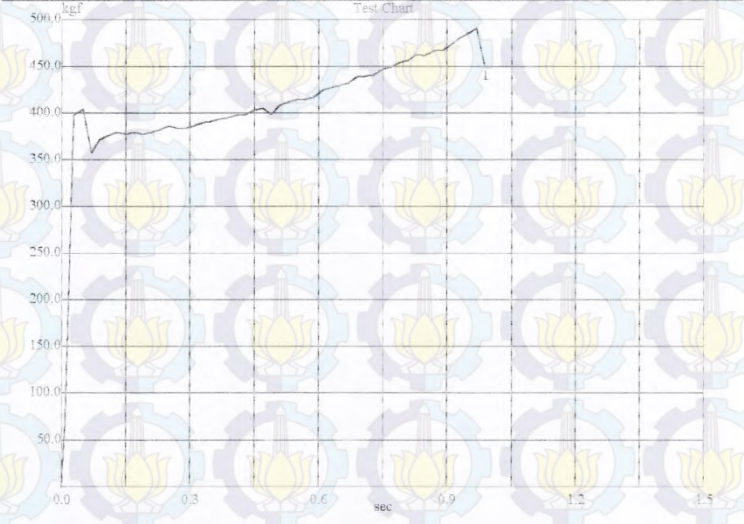
C. 2. DGEBA/TEA(16)/Ph(4)

No.	Length mm	Peak kgf	Peak kgf/mm ²	Elongation %
1	50,00	494.31	109.85 65,91	6.08
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
Average	50,00	494.31	109.85	6.08



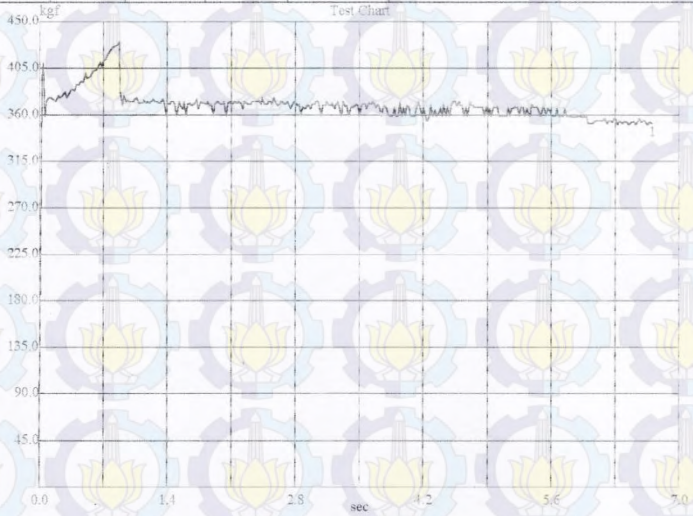
C. 3. DGEBA/TEA(12)/Ph(8)

No.	Length mm	Peak kgf	Peak kgf/mm²	Elongation %
1	50.00	490.08	54.45	1.57
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
Average	50.00	490.08	54.45	1.57



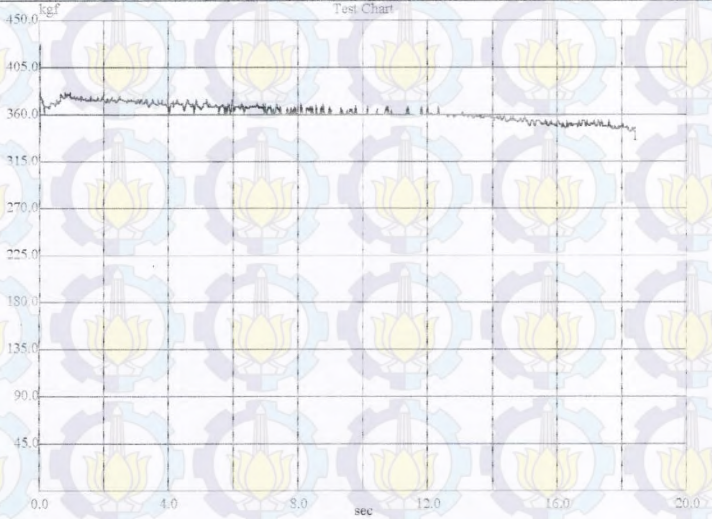
C. 4. DGEBA/TEA(8)/Ph(12)

No.	Length	Peak	Peak	Elongation
	mm	kgf	kgf/mm ²	%
1	50.00	433.47	39.41	5.13
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
Average	50.00	433.47	39.41	5.13



C. 5. DGEBA/TEA(4)/Ph(16)

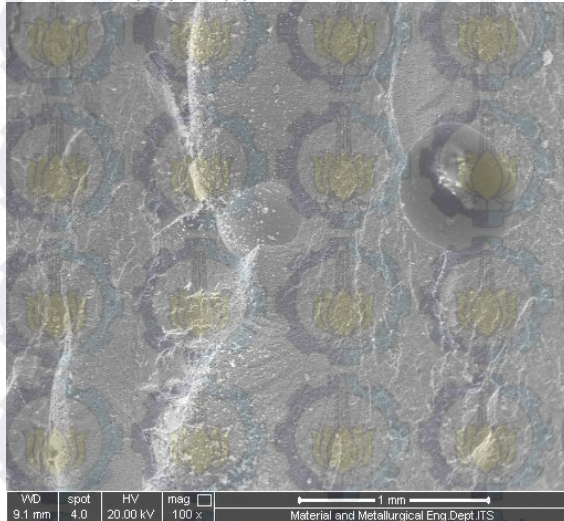
No.	Length mm	Peak kgf	Peak kgf/mm ²	Elongation %
1	50.00	426.71	44.92	16.25
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
---	---	---	---	---
Average	50.00	426.71	44.92	16.25



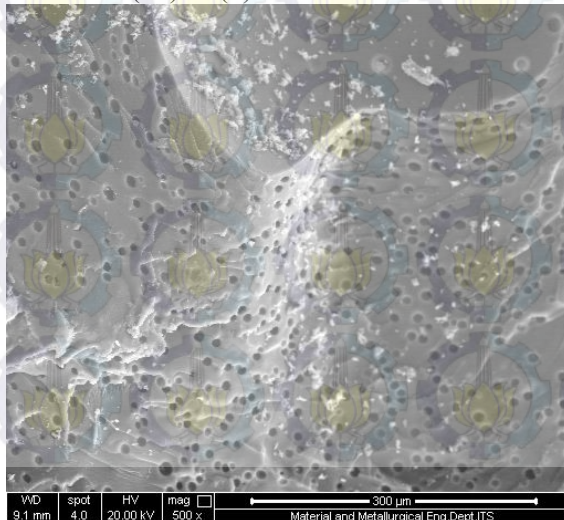


D. Hasil Pengujian SEM

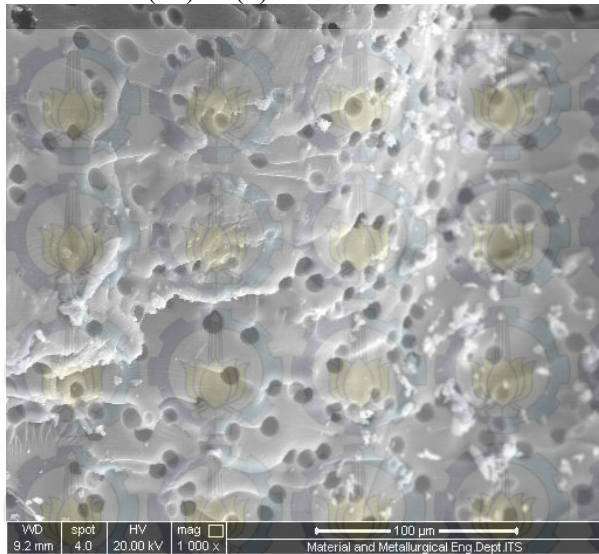
D. 1. DGEBA/TEA(20)/Ph(0) Perbesaran 100X



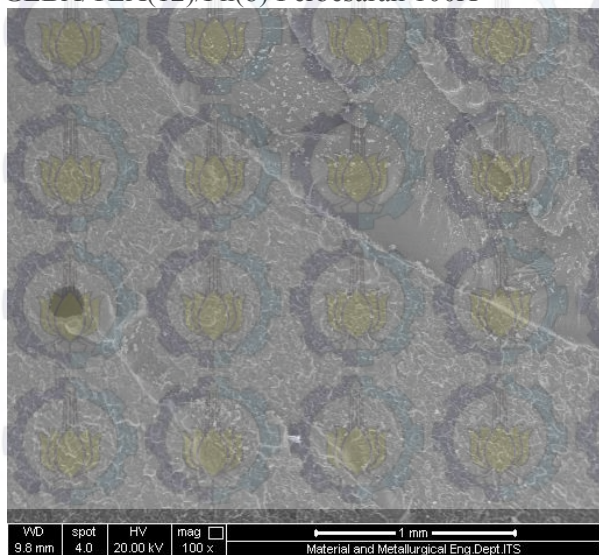
D. 2. DGEBA/TEA(20)/Ph(0) Perbesaran 500X



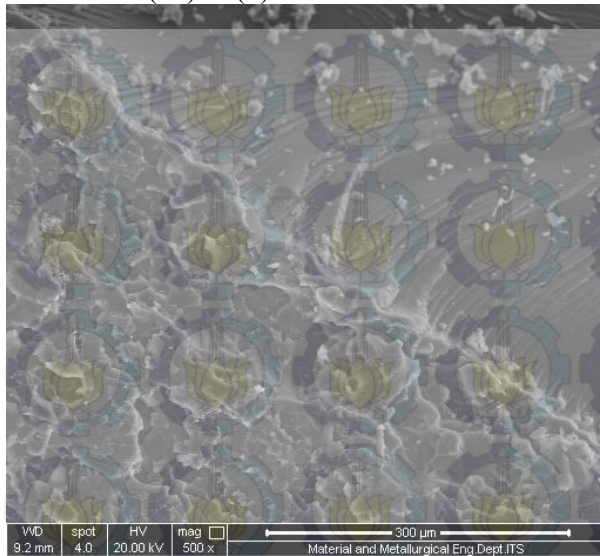
D. 3. DGEBA/TEA(20)/Ph(0) Perbesaran 1000X



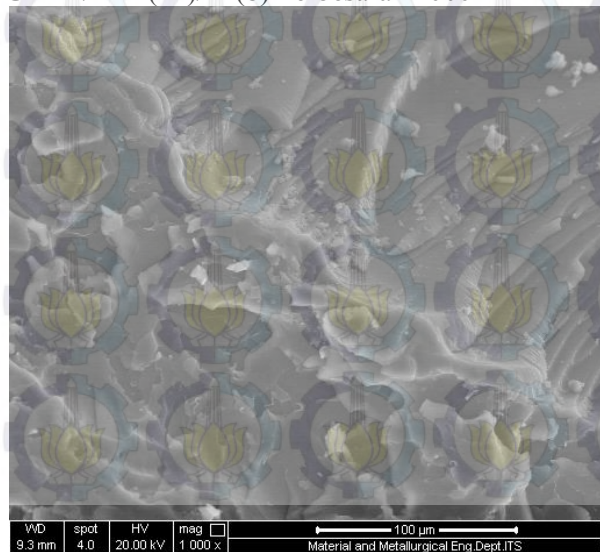
D. 4. DGEBA/TEA(12)/Ph(8) Perbesaran 100X



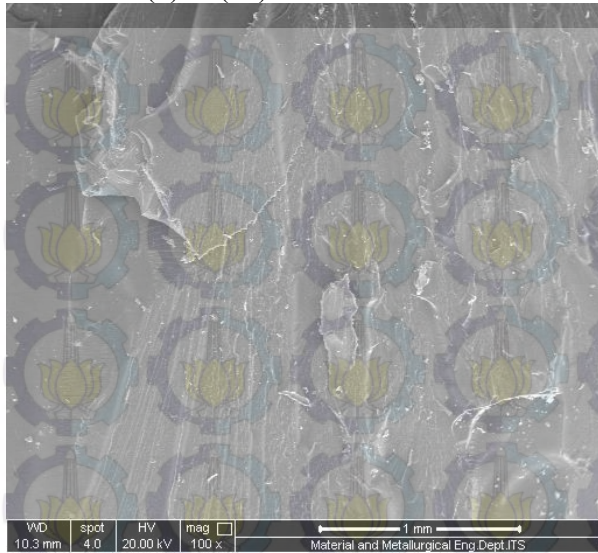
D. 5. DGEBA/TEA(12)/Ph(8) Perbesaran 500X



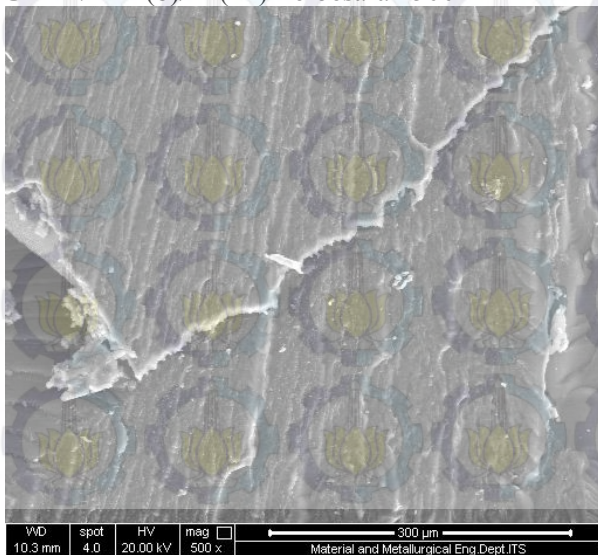
D. 6. DGEBA/TEA(12)/Ph(8) Perbesaran 1000X



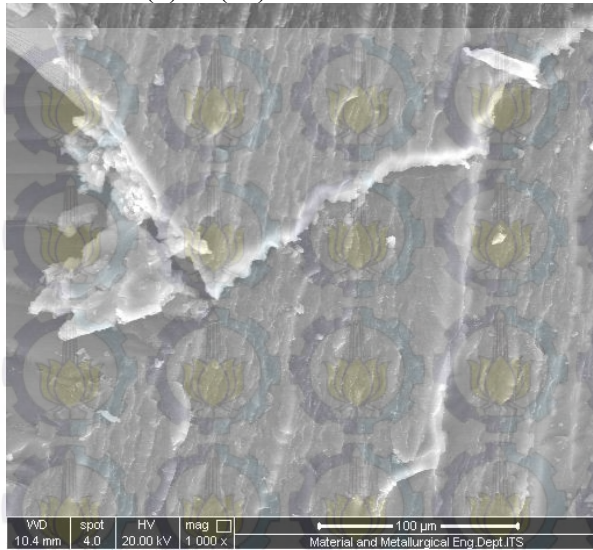
D. 7. DGEBA/TEA(8)/Ph(12) Perbesaran 100X



D. 8. DGEBA/TEA(8)/Ph(12) Perbesaran 500X



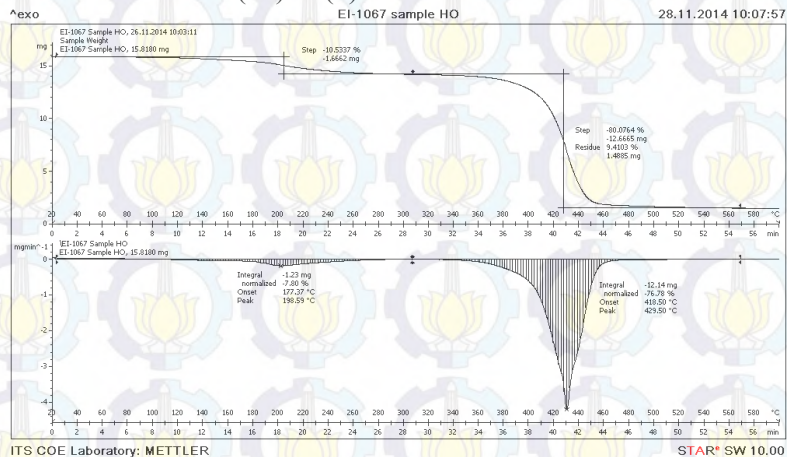
D. 9. DGEBA/TEA(8)/Ph(12) Perbesaran 1000X



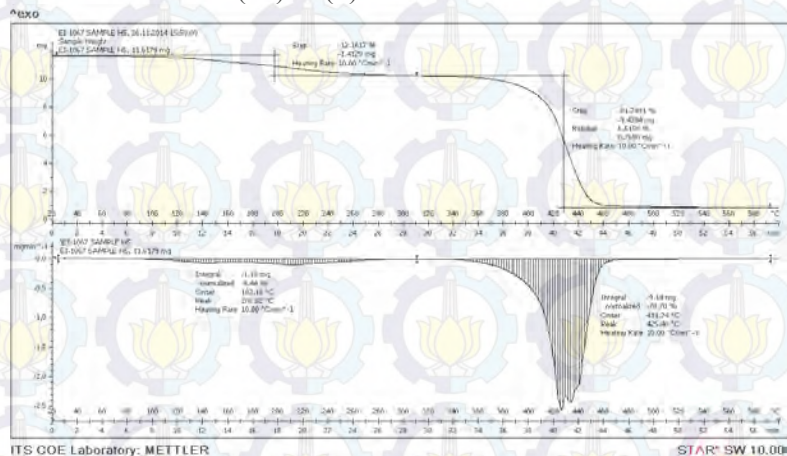


E. Hasil Pengujian TGA

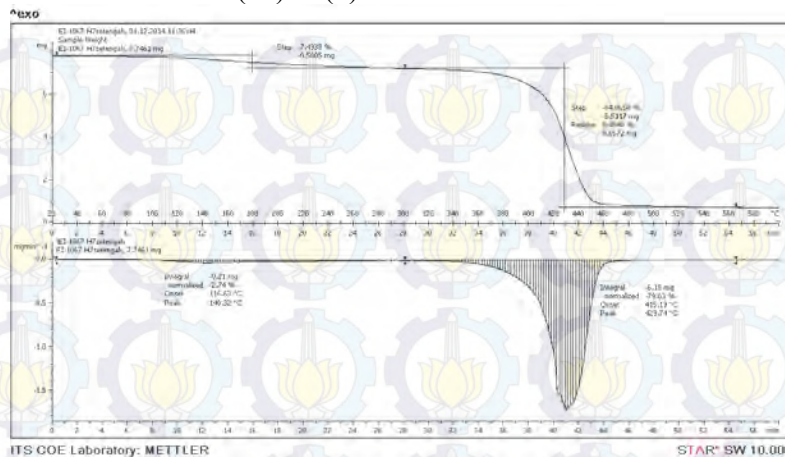
E. 1. DGEBA/TEA(20)/Ph(0)



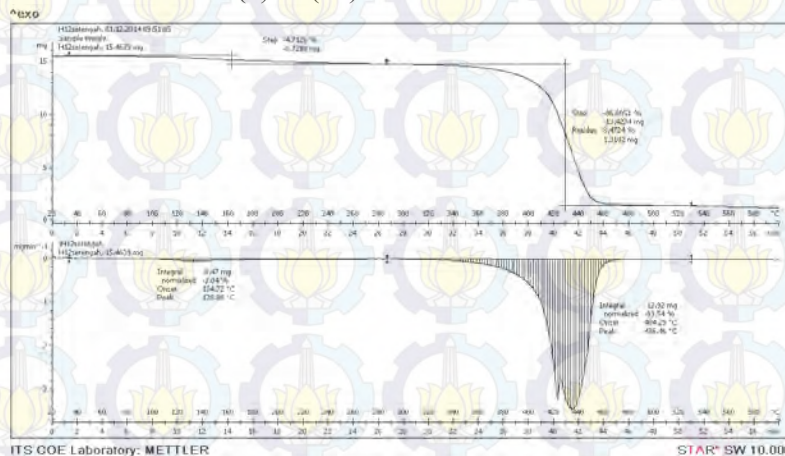
E. 2. DGEBA/TEA(16)/Ph(4)



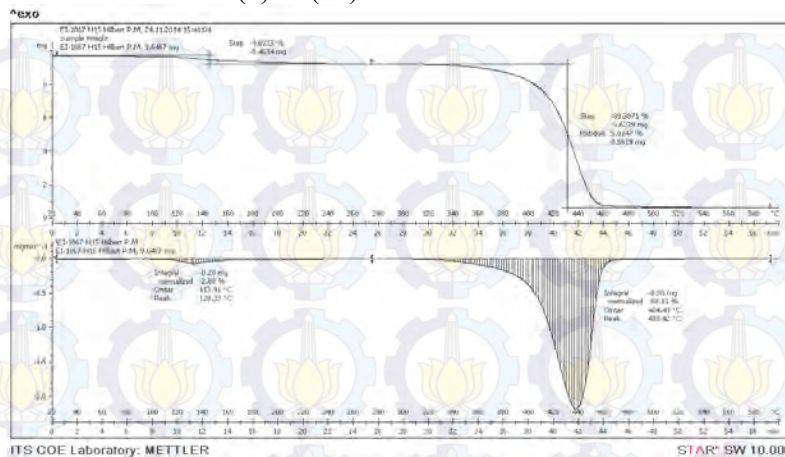
E. 3. DGEBA/TEA(12)/Ph(8)



E. 4. DGEBA/TEA(8)/Ph(12)



E. 5. DGEBA/TEA(4)/Ph(16)





F. Analisis Hasil Pengujian *Chemical Resistance*

Pengujian *chemical resistance* bertujuan untuk mempelajari ketahanan DGEBA/TEA/Ph terhadap larutan H_2SO_4 berkemurnian $>98\%$, MW 98,08 dan didapat dari SAP Chemicals. Tabel F.1 menunjukkan hasil pengujian *chemical resistance*. Seluruh spesimen DGEBA/TEA/Ph larut sepenuhnya dalam waktu satu hari proses imersi dalam larutan H_2SO_4 . Perubahan warna terjadi pada larutan H_2SO_4 yang semula tidak berwarna berubah menjadi hitam pekat. Perubahan warna menunjukkan spesimen epoksi bereaksi secara kimia dengan larutan H_2SO_4 dan menyebabkan spesimen epoksi terurai.

Disimpulkan DGEBA/TEA/Ph tidak memiliki ketahanan yang baik terhadap reagen kimia bersifat asam, secara khusus terhadap larutan H_2SO_4 . DGEBA/TEA/Ph tidak disarankan untuk diaplikasikan pada lingkungan kerja asam.

Tabel F.1

Hasil pengujian *chemical resistance* (% penambahan berat)

No	Kode Sampel	1 hari (%)	7 hari (%)	14 hari (%)	21 hari (%)	28 hari (%)
1	DGEBA/TEA(20)/Ph(0)	-100	-	-	-	-
2	DGEBA/TEA(16)/Ph(4)	-100	-	-	-	-
3	DGEBA/TEA(12)/Ph(8)	-100	-	-	-	-
4	DGEBA/TEA(8)/Ph(12)	-100	-	-	-	-
5	DGEBA/TEA(4)/Ph(16)	-100	-	-	-	-
6	DGEBA/TEA(0)/Ph(20)	-	-	-	-	-



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Hilbert Philip Malada dilahirkan di kota Surabaya, 24 Januari 1993, merupakan putra dari pasangan Bapak Davy Armijn Malada dan Ibu Susilawati Karunia. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu pada TK Vita Surabaya, SD Vita Surabaya, SMPK St. Agnes Surabaya dan SMAK St. Louis 1, Surabaya. Setelah lulus dari SMA pada tahun 2011, penulis diterima menjadi mahasiswa di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTI-ITS.

Selama masa kuliahnya, penulis pernah mengikuti beberapa program pelatihan, seperti Training Kepribadian Mahasiswa Baru ITS, LKMM Pra TD ITS, Pelatihan Karya Tulis Ilmiah (PKTI) ITS dan Personality Development for Teenagers oleh John Robert Powers International. Penulis juga pernah menjadi asisten dosen pada mata kuliah Teknologi Cor, asisten laboratorium pada mata kuliah Fisika Dasar II dan asisten laboratorium Material Inovatif.

Penulis pernah melaksanakan kegiatan kerja praktek di PT. Krakatau Steel (Persero) Tbk., Cilegon, Banten pada bulan Juli – Agustus 2014. Pada akhir masa studinya di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTI-ITS, penulis mengambil mata kuliah Tugas Akhir dalam Bidang Material Inovatif.

Alamat penulis saat ini adalah Villa Kalijudan Indah X/L-29, Surabaya. Penulis dapat dihubungi pada nomor telepon selular 082140386008 atau melalui email ke h.malada93@gmail.com.

